



SKRIPSI –TK141581

**SINTESIS SUPERABSORBEN AEROGEL SELULOSA
BERBASIS BAGASSE**

Oleh :

Arika Fadhia Rahmi

2313100042

Muhammad Irsan Agustian

2313100136

Dosen Pembimbing :

Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.

NIP. 19670203 199102 1 001

Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.

NIP. 19890106 201504 2 002

DEPARTEMEN TEKNIK KIMIA

FAKULTAS TEKNOLOGI INDUSTRI

INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH

NOPEMBER

SURABAYA

2017

(Halaman ini sengaja dikosongkan)



FINAL PROJECT –TK141581

**SYNTHESIS OF SUPERABSORBENT CELLULOSE
AEROGEL FROM BAGASSE**

Authors :

Arika Fadhia Rahmi

2313100042

Muhammad Irsan Agustian

2313100136

Advisors :

Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.

NIP. 19670203 199102 1 001

Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.

NIP. 19890106 201504 2 002

**CHEMICAL ENGINEERING DEPARTMENT
FACULTY OF INDUSTRIAL TECHNOLOGY
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2017**

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

LEMBAR PENGESAHAN

"SINTESIS SUPERABSORBEN AEROGEL SELULOSA BERBASIS BAGASSE"

Diajukan untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar Sarjana Teknik
pada Program Studi S-1 Departemen Teknik Kimia Institut Teknologi Sepuluh
Nopember Surabaya

Oleh:

Arika Fadhia Rahmi NRP. 2313 100 042
Muhammad Irsan Agustian NRP. 2313 100 136

Disetujui oleh Tim Penguji Tugas Akhir:

1. Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng
(Pembimbing)
2. Ni Made Intan Suari, S.T., M.T.
(Pembimbing)
3. Prof. Dr. Ir. Sugeng Winardi, M.Eng
(Penguji)
4. Dr. Ir. Sumarno, M.Eng
(Penguji)
5. Dr. Widiyastuti, S.T., M.T.
(Penguji)



(Halaman ini sengaja dikosongkan)

SINTESIS SUPERABSORBEN AEROGEL SELULOSA BERBASIS BAGASSE

Nama : Arika Fadhia Rahmi (2313 100 042)
Muhammad Irsan Agustian (2313 100 136)
Departemen : Teknik Kimia FTI – ITS
Pembimbing 1 : Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.
Pembimbing 2 : Ni Made Intan Putri Suari, ST. MT.

ABSTRAK

Tujuan penelitian adalah untuk mengetahui bahwa bagasse selain mengandung selulosa, namun juga mengandung silika yang memiliki kadar tinggi dapat menjadi bahan baku superabsorben aerogel selulosa yang bersifat *reusable*. Penelitian ini dimulai dengan tahap ekstraksi selulosa yang meliputi penggilingan mekanis terhadap bagasse dan diayak hingga berukuran 100 mesh. Diikuti dengan delignifikasi dengan reaktor hidrotermal dengan kondisi operasi 150°C selama 4 jam kemudian dilarutkan dengan air untuk menghilangkan lignin. Kemudian tahap pembuatan aerogel yang dimulai dengan penambahan silika (0, 30, 40, 50, dan 60%) dan campuran NaOH : Urea (1:4,5,6,7) yang selanjutnya dilakukan sonikasi, gelasi, aging dengan HCl 2M, koagulasi dengan etanol 99%, *solvent exchange*, dan *freeze drying* dengan kondisi operasi suhu – 40 °C dan tekanan 10 mTorr. Hasilnya aerogel selulosa yang berhasil disintesis berwarna keabu-abuan dengan rentang densitas dari 0,091 g/cm³ sampai 0,102 g/cm³ dan rentang porositas dari 0,680 sampai 0,715. Aerogel selulosa yang dihasilkan mampu menyerap air hingga 20,04 kali massa keringnya (sampel 1:5 50%). Kemampuan menyerap air dan porositas pada aerogel yang dihasilkan berbanding terbalik dengan konsentrasi urea yang ditambahkan. Aerogel selulosa juga mampu menyerap

minyak (oli) hingga 10,36 kali massa keringnya (sampel 1:5 50%). Luas permukaan aerogel selulosa yang dihasilkan mencapai 59,12. m²/g. Berdasarkan uji tekan yang dilakukan, aerogel selulosa yang dihasilkan memiliki *modulus young* maksimal sebesar 84.655,310 N/m².

Kata kunci: Bagasse, Aerogel, Selulosa, Superabsorben

SYNTHESIS OF SUPERABSORBENT CELLULOSE AEROGEL FROM BAGASSE

Name : Arika Fadhia Rahmi (2313 100 042)
Muhammad Irsan Agustian (2313 100 136)
Department : Teknik Kimia FTI - ITS
Advisor 1 : Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng.
Advisor 2 : Ni Made Intan Putri Suari, ST. MT.

ABSTRACT

The objective of this research is to find out that aside from containing cellulose, bagasse also contains silica and it could be utilized as raw material for synthesizing reusable superabsorbent i.e. cellulose aerogel. The study began with cellulose extraction stage which included mechanical grinding of bagasse and it sieved to a size of 100 mesh. Followed by delignification using hydrothermal reactor with operating conditions of 150 °C for 4 hours then it is diluted with water to remove lignin form the pulp. Then the aerogel synthesis stage starts with the addition of silica (0, 30, 40, 50, and 60%) at low temperature, and of NaOH: Urea (1: 4,5,6,7) mixture which is then performed sonication, gelation, aging with HCl 2M, coagulation with ethanol 99%, solvent exchange, and freeze drying with operating temperature of - 40 °C and operating pressure of 10 mTorr. The synthesized cellulose aerogel has grayish color with density range from 0.091 g / cm³ to 0.102 g / cm³ and porosity range from 0.680 to 0.715. The resulted cellulose aerogel can absorb water up to 20,04 times its dry mass (sample 1: 5 50%). Its ability to absorb water and its porosity is inversely proportional to both the added urea concentration and silica concentration. The cellulose aerogel

is also able to absorb oil (lubricant) up to 10,36 times its dry mass (sample 1: 5 50%). The surface area of resulted cellulose aerogel is 59,12 m²/g. Based on the performed compression test, the cellulose aerogel has *young modulus* of 84.655,310 N/m².

Keywords: Bagasse, Aerogel, Cellulose, Superabsorbent

KATA PENGANTAR

Puji syukur kehadiran Allah Subhanahu Wa Ta'ala yang telah memberikan kekuatan sehingga kami dapat menyelesaikan laporan skripsi yang berjudul :

Sintesis Superabsorben Aerogel Selulosa Berbasis Bagasse.

Selama penyusunan laporan ini, kami banyak sekali mendapat bimbingan, dorongan, serta bantuan dari banyak pihak. Untuk itu, kami ingin mengucapkan terima kasih yang sebesar-besarnya kepada :

1. Orang tua dan saudara-saudara kami atas doa, bimbingan, perhatian, dan kasih sayang yang selalu tercurah selama ini.
2. Bapak Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng dan Ibu Ni Made Intan Putri Suari, S.T, M.T, selaku Dosen Pembimbing atas semua bimbingan dan saran yang telah diberikan.
3. Ibu Dr. Widiyastuti, S.T., M.T, selaku Kepala Laboratorium Elektrokimia dan Korosi atas banyak bimbingan dan saran yang telah diberikan.
4. Bapak Juwari, S.T, M.Eng, Ph.D, selaku Kepala Departemen Teknik Kimia, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember.
5. Bapak Setiyo Gunawan, ST., Ph.D, selaku Sekretaris Departemen Teknik Kimia.
6. Bapak dan Ibu Dosen pengajar serta seluruh karyawan Departemen Teknik Kimia.
7. Rekan-rekan Laboratorium Elektrokimia dan Korosi, yang senantiasa memberikan semangat dan saran-saran dalam mengerjakan tugas ini.
8. Teman-teman K53 Teknik Kimia FTI-ITS yang selalu memberi semangat dan dukungan.
9. Pihak-pihak lain yang tidak dapat kami sebutkan satu per satu atas bantuan dan dukungannya kepada kami.

Kami menyadari masih banyak kekurangan dalam penulisan laporan ini, sehingga dibutuhkan saran yang konstruktif demi penyempurnaannya. Semoga ini menjadi awal yang baik bagi kami untuk membangun Indonesia yang baik serta bermartabat ke depannya.

Surabaya, Juli 2017

Penyusun

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
LEMBAR PENGESAHAN	i
ABSTRAK	iii
ABSTRACT	v
KATA PENGANTAR	vii
DAFTAR ISI	vii
DAFTAR GAMBAR	ix
DAFTAR TABEL	xi
BAB I PENDAHULUAN	1
I.1 Latar Belakang Penelitian.....	1
I.2 Rumusan Masalah	2
I.3 Tujuan penelitian.....	3
I.4 Manfaat penelitian	3
BAB II TINJAUAN PUSTAKA	5
II.1 Superabsorben.....	5
II.2 Selulosa dan Lignin	6
II.3 Ampas Tebu (<i>Bagasse</i>)	9
II.4 Delignifikasi.....	11
II.5 Aerogel Selulosa	11
II.6 Silika.....	13
II.7 Penelitian terdahulu.....	13
BAB III METODOLOGI PENELITIAN	15
III.1 Alur Penelitian	15
III.2 Bahan dan Alat Penelitian	16

III.2.1	Bahan Penelitian.....	16
III.2.2	Alat Penelitian.....	16
III.3	Prosedur Penelitian.....	16
III.2.1	Persiapan Bahan Baku.....	16
III.2.2	Delignifikasi.....	17
III.2.3	Sintesis Aerogel Selulosa dari <i>Bagasse</i> Sebagai Superabsorben.....	19
III.4	Karakterisasi.....	22
BAB IV HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN		27
IV.1.	Delignifikasi.....	28
IV.2.	Aerogel Selulosa.....	30
IV.2.1	Penampakan Fisik.....	30
IV.2.2	Perubahan Volume Pulp.....	32
IV.4.	Porositas dan Densitas.....	36
IV.5.	Kapasitas Penyerapan Air dan Minyak.....	37
IV.6.	Modulus Elastisitas.....	40
IV.7.	Uji Dekomposisi Superabsorben Aerogel Selulosa dengan <i>Thermal Gravimetric Analysis</i> (TGA)	42
IV.8	Uji Scanning Electron Microscope (SEM).....	43
IV.9	Analisa Luas Permukaan Aerogel Selulosa (BET)	45
BAB V KESIMPULAN DAN SARAN		47
V.1.	Kesimpulan.....	47
V.2	Saran.....	47
DAFTAR PUSTAKA		xiii

DAFTAR GAMBAR

Gambar II.1	Fenomena Absorbent Polymer Network	6
Gambar II.2	Jaringan tumbuhan dan letak selulosa, hemiselulosa dan lignin	7
Gambar II.3	Struktur Molekul Selulosa	8
Gambar II.4	Struktur Kimia Lignin	9
Gambar III.1	Bagan Alir Penelitian	15
Gambar III.2	Reaktor Delignifikasi	18
Gambar III.3	Flow Diagram Delignifikasi	19
Gambar III.4	Flow Diagram Sintesis Aerogel Selulosa	21
Gambar IV.1	Alat untuk delignifikasi dengan (a) Reaktor Hidrothermal dan (b) Penangas &Reflux.....	28
Gambar IV.2	Kenampakan fisik superabsorben aerogel selulosa pada variabel perbandingan NaOH:Urea 1:4 (a), 1:5 (b), 1:6 (c), dan 1:7 (d)	31
Gambar IV.3	Kenampakan fisik superabsorben aerogel selulosa pada variabel perbandingan NaOH:Urea 1:6 dan variabel silika 30% massa.	32
Gambar IV.4	Pengukuran Volume Aerogel Selulosa.....	33
Gambar IV.5	Analisa Gugus Fungsi Aerogel Selulosa menggunakan FTIR	35
Gambar IV.6	Reaksi crosslink selulosa dan urea	35
Gambar IV.7	Porositas dan densitas aerogel selulosa tanpa penambahan silika	36
Gambar IV.8	Kapasitas Absorpsi air (a) dan minyak (b) Aerogel Selulosa dengan variasi urea	37
Gambar IV.9	Pengaruh penambahan SiO ₂ terhadap kapasitas serap air (a) dan minyak (b)	39
Gambar IV.10	Uji Kompresi Untuk Mengukur Modulus Elastisitas Aerogel Selulosa dengan variable silika 0%, 30%, 40%, 50%, dan 60% dengan a) tinggi mula-mula;b) tinggi dengan penambahan beban; c) tinggi akhir setelah beban dilepas;d) grafik elastisitas	40

Gambar IV.11	Grafik dekomposisi massa aerogel selulosa terhadap kenaikan temperatur.	42
Gambar IV.12	Citra SEM dengan perbesaran 2500x pada (a) Aerogel selulosa tanpa penambahan silika dan (b) Aerogel selulosa dengan penambahan silika 50% wt.....	43
Gambar IV.13	Hasil Uji Brunauer-Emmett-Teller (BET) pada Aerogel Selulosa dengan perbandingan NaOH : Urea = 1:5 dan kandungan silika 50 %	45

DAFTAR TABEL

Tabel II.1 Komposisi Ampas Tebu (Bagasse).....	10
Tabel IV.1 Hasil Uji Kandungan Lignin dan Selulosa menggunakan Uji Chesson	29
Tabel IV.2 Analisa Kappa Number & Komposisi Selulosa pada Bagasse pada Proses Delignifikasi.....	29
Tabel IV.3 Perubahan Volume Aerogel untuk Pulp Kering dan Basah	33
Tabel IV.4 Besar Modulus Young (N/m ²) terhadap Variabel Silika.	41

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB I

PENDAHULUAN

I.1 Latar Belakang Penelitian

Superabsorben merupakan suatu material yang memiliki kemampuan untuk menyerap *liquid* dalam kapasitas cukup besar dengan aplikasi di berbagai bidang industri, misalnya sebagai absorben pada *diapers*, sebagai absorben untuk membersihkan tumpahan minyak, hingga penggunaan dalam meningkatkan efektifitas sektor agraris.

Dalam melakukan proses penyerapan (*sorption*) diperlukan media penyerap yang disebut absorben. Beberapa material yang digunakan untuk mensintesis absorben, dalam penelitian maupun di lapangan, dapat dikategorikan menjadi material anorganik, organik sintetis, dan organik alami. Material anorganik seperti perlite [1] memiliki kapasitas penyerapan minyak yang rendah. Material organik sintetis seperti polipropilena [2], poliuretan [3] memiliki kapasitas serapan yang besar tetapi tidak ramah lingkungan. Proses degradasi polipropilena dan poliuretan membutuhkan waktu yang lama, sehingga material yang berasal dari bahan organik alam lebih diminati sebagai bahan baku absorben dalam penelitian karena lebih cepat terdegradasi.

Material organik dapat dimodifikasi menjadi absorben ataupun superabsorben, salah satunya dengan mensintesis material tersebut menjadi aerogel selulosa. Aerogel merupakan gel yang berbentuk padatan kering dengan porositas yang besar ($800\text{-}1000\text{ m}^3/\text{g}$) dan memiliki berat yang ringan (*bulk density*: $0,003\text{-}0,2\text{ g/cm}^3$). Selulosa merupakan elemen yang terdapat di berbagai material organik alami, struktur polimernya yang memiliki ikatan hydrogen dengan ujung rantai alkanol dan aldehida membuatnya mudah untuk dimodifikasi [4].

Aerogel selulosa berbasis kertas bekas memiliki kapasitas serapan yang besar, yaitu 24 kali dari berat keringnya dalam menyerap air, dan 19 kali berat kering dalam menyerap minyak [5]. Penambahan silika dalam sintesis aerogel selulosa meningkatkan kekuatan fisiknya, sehingga aerogel selulosa memiliki rasio *recovery* yang tinggi [6].

Berdasarkan hasil penelitian-penelitian yang telah dilakukan terhadap superabsorben berbasis polimer alam, aerogel selulosa yang mengandung silika memiliki potensi yang bagus untuk diteliti lebih lanjut. Salah satu sumber polimer alam khususnya selulosa dapat diperoleh dari ampas tebu (*sugarcane bagasse*). Indonesia memiliki komoditas tebu sebesar 2,7 juta ton dalam 482.239 hektar perkebunan tebu [7]. Untuk setiap 100 ton tebu yang dihancurkan (*crushed*), dihasilkan sekitar 30 ton *wet bagasse*, atau 30% dari jumlah tebu yang digiling [8]. Selama ini, ampas tebu digunakan sebagai bahan bakar tambahan dalam proses produksi di pabrik gula. *Bagasse* mengandung 32 - 44% selulosa yang berupa dari α -selulosa, 27 - 32 % hemiselulosa, 19 - 24% lignin, 4,5-9% abu, dan kurang dari 1% ekstrak yang berupa zat lilin (*wax*) [9]. Kandungan silika yang terdapat dalam abu *bagasse* sebesar 96,93% [10]. Dengan jumlah kandungan selulosa dan silika yang terdapat dalam *bagasse*, superabsorben aerogel selulosa berbasis *bagasse* menjadi menarik untuk diteliti efektifitasnya.

I.2 Rumusan Masalah

Berdasarkan uraian latar belakang di atas, maka dapat dirumuskan beberapa poin permasalahan dalam penelitian ini, antara lain:

- a. Dalam sintesis aerogel selulosa, diperlukan penambahan urea sebagai *crosslink agent* antar rantai-rantai selulosa sehingga dapat membentuk monolit. Walaupun penambahan urea yang melebihi kebutuhan akan memperkuat ikatan, tapi banyaknya urea yang ditambahkan cenderung akan mengurangi daya absorpsi dari aerogel selulosa yang dihasilkan.

- b. Walaupun *bagasse* sudah memiliki kandungan silika, belum diketahui apakah *bagasse* dapat menghasilkan aerogel selulosa dengan kekuatan fisik dan daya absorpsi yang baik tanpa penambahan silika lebih lanjut.

I.3 Tujuan penelitian

Penelitian ini bertujuan untuk :

- a. Mengetahui perbandingan jumlah urea yang dibutuhkan dalam proses sintesis aerogel selulosa terhadap jumlah NaOH dan selulosa, sehingga menghasilkan superabsorben dengan daya serap maksimal.
- b. Mempelajari pengaruh penambahan silika terhadap kekuatan fisik (modulus young) dan daya serap superabsorben aerogel selulosa berbasis *bagasse*.

I.4 Manfaat penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah :

- a. Memberikan solusi terhadap permasalahan limbah ampas tebu yang menjadi bagian terbesar dari pabrik gula yang hanya menjadi limbah produksi gula dan mengubahnya menjadi bahan yang bermanfaat dan bernilai tinggi.
- b. Memberikan inovasi material superabsorben aerogel selulosa yang *reusable* dan ramah lingkungan sebagai solusi permasalahan superabsorben polimer yang toksik dan tidak reuseable.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB II

TINJAUAN PUSTAKA

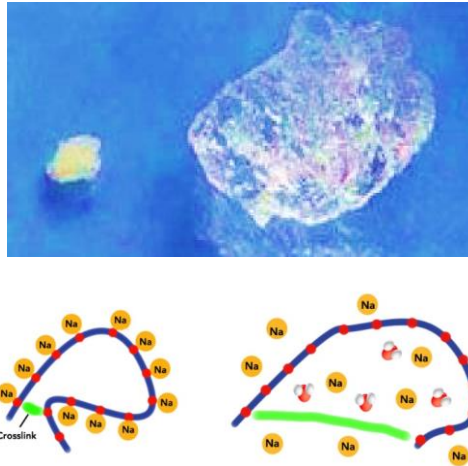
II.1 Superabsorben

Sorben merupakan material padat berpori yang didapatkan dari sumber organik maupun sintetis yang berfungsi untuk menyerap fluida dan menyimpannya. Sorben dapat bekerja secara adsorpsi maupun absorpsi. Pada adsorben, fluida akan terserap dengan menempel pada permukaan dari adsorben; sedangkan pada absorben, fluida akan terserap menyatu dengan sorben [11].

Superabsorben polimer (SAP) adalah bahan yang dapat menyerap liquid dalam jumlah yang sangat besar. Superabsorben pertama kali diaplikasikan dalam sektor pertanian sebagai penyimpan cadangan air dalam tanah, sehingga menghemat air dan meningkatkan hasil pertanian. Setelahnya, superabsorben digunakan dalam banyak sektor mulai dari bahan penyusun popok, obat-obatan, kemasan makanan, produksi kertas, pertanian dan hortikultura, pengeboran minyak, dan lain-lain [12] .

Dua bahan penyusun utama dalam popok adalah SAP dan *fluff pulp* dari serat-serat selulosa. SAP memiliki kapasitas penyerapan hingga 1000 g air per 1 g polimer, dan *fluff pulp* mampu menyerap 12 g air per 1 g serat kering. Secara umum, popok dapat menyerap 20-40 ml cairan urin per 1 gram polimer.

Umumnya superabsorben yang diproduksi merupakan superabsorben polimer sintetis (SAP) dimana fluida yang telah terabsorp sangat sulit untuk dipisahkan kembali walaupun dengan pemberian tekanan karena ikatan yang terjadi merupakan ikatan hidrogen dimana akan terjadi pelepasan Natrium pada polimer dan membuat air dapat masuk kedalam struktur rantai polimer, Peristiwa ini biasa disebut *Absorbent Polymer Network* [13].

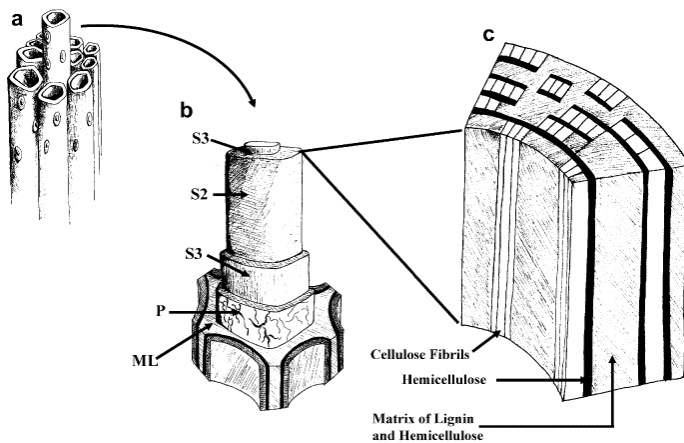


Gambar II.1 Fenomena Absorbent Polymer Network

II.2 Selulosa dan Lignin

Selulosa dapat ditemukan dengan mudah dalam berbagai jenis tanaman dan merupakan bahan baku serbaguna untuk konversi kimia, yang bertujuan untuk memproduksi benang dan lapisan buatan berbasis selulosa serta berbagai produk turunan selulosa yang banyak digunakan di industri maupun dalam kehidupan sehari-hari seperti kayu, kain, kardus, dan kertas [4]. Selulosa merupakan salah satu biopolimer alam yang bersifat hidrofilik, tidak larut dalam air dan sebagian pelarut organik [14]. Bentuk morfologi dari selulosa adalah berupa kristal dan amorf yang kompleks. Selulosa memiliki bangun dasar berupa selobiosa (dimer dari glukosa). Polimer glukosa ini terdiri dari ikatan β -1,4 glukosida dalam rantai lurus, dan terkandung sebesar 35-50% dari berat kering tumbuhan. Rantai panjang tersebut terhubung dengan ikatan hidrogen dan gaya van der Waals [15].

Secara umum selulosa ditemukan dalam bentuk lignoselulosa pada jaringan tanaman berkayu. Dalam tumbuhan, selulosa berfungsi sebagai bahan pembentuk dinding sel dan serat tumbuhan. Molekul selulosa membentuk rantai polimer yang sangat panjang karena merupakan mikrofibril glukosa yang terikat satu sama lain. Lignin dan hemiselulosa berada di sekeliling selulosa sehingga menjadi hambatan utama dalam menghidrolisis selulosa [14].

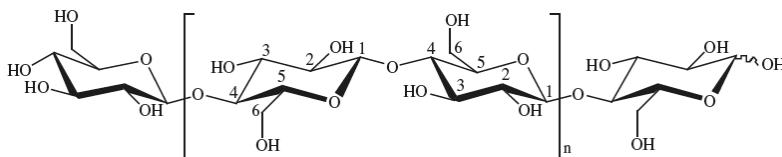


Gambar II.2 Jaringan tumbuhan dan letak selulosa, hemiselulosa dan lignin

Berdasarkan derajat polimerisasi (DP) dan kelarutan dalam senyawa natrium hidroksida (NaOH) dengan konsentrasi 17,5 % mol, selulosa dapat dibedakan menjadi 3 jenis yaitu:

1. α -selulosa : selulosa berantai panjang, tidak larut dalam larutan NaOH 17,5% atau larutan basa kat dengan DP 600-1500. Selulosa jenis ini dipakai sebagai estimator atau penentu tingkat kemurnian selulosa.
2. β -selulosa : selulosa berantai pendek, larut dalam larutan NaOH 17,5% atau basa kuat dengan DP 15-90, serta dapat mengendap bila dinetralkan.

3. γ -selulosa : selulosa berantai pendek, larut dalam larutan NaOH 17,5% atau basa kuat dengan DP < 15, serta dapat mengendap bila dinetralkan.



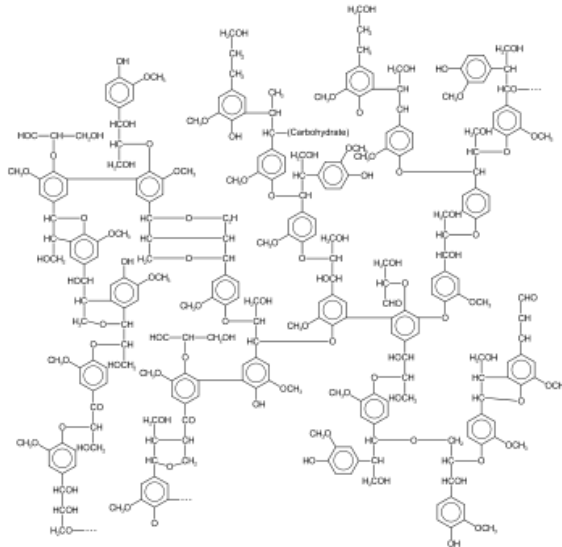
Gambar II.3 Struktur Molekul Selulosa

α -selulosa merupakan selulosa dengan kualitas paling tinggi (murni) yang memenuhi 92% persyaratan untuk digunakan sebagai bahan baku utama pembuatan propelan dan atau bahan peledak. Sedangkan selulosa dengan kualitas yang lebih rendah (β - dan γ -selulosa) digunakan sebagai bahan baku dalam industri kertas dan kain tekstil (serat rayon). Selulosa dapat diesterifikasi dengan asam anorganik seperti asam nitrat, asam sulfat dan asam fosfat. Dari ketiga asam anorganik tersebut, penggunaan asam nitrat akan menghasilkan nilai ekonomis yang strategis dibandingkan asam sulfat maupun asam fosfat, karena asam nitrat dapat digunakan sebagai sumber bahan baku propelan/bahan peledak pada industri pembuatan amunisi/mesin dan atau bahan peledak [16].

Hemiselulosa merupakan senyawa sejenis polisakarida yang terdapat dalam semua jenis serat, mudah terhidrolisis oleh asam mineral menjadi gula (dan senyawa lain), dan mudah larut dalam alkali. Dibandingkan dengan selulosa, hemiselulosa lebih mudah larut dan dapat diekstraksi untuk diisolasi dari kayu.

Lignin merupakan salah satu senyawa organik terpenting dalam tumbuh-tumbuhan, bersama dengan selulosa dan hemiselulosa. Peran utama lignin adalah membentuk lapisan di antara serat yang berfungsi sebagai pengikat antar serat selulosa dalam kayu maupun non kayu). Polimer lignin dalam tumbuhan sulit ditentukan karena

strukturnya yang acak, sehingga setiap tumbuhan memiliki struktur lignin yang berbeda-beda [17]. Struktur kimia lignin tercantum pada Gambar II.4.



Gambar II.4 Struktur Kimia Lignin

II.3 Ampas Tebu (*Bagasse*)

Ampas tebu atau *bagasse* merupakan produk samping proses pengolahan tebu. *Bagasse* merupakan salah satu sumber energi biomassa berbasis pertanian paling menjanjikan. *Bagasse* adalah residu berserat yang tersisa setelah proses *milling* dari *cane* tebu, dengan *moisture content* sebesar 45-50% dan mengandung campuran dari serat kasar, dengan jaringan *parenchymatous* yang halus dengan sifat higroskopis yang tinggi. *Bagasse* umumnya mengandung selulosa, hemiselulosa, pentosan, lignin (dalam bentuk lingo-selulosa), gula, *wax*, dan mineral. Komposisi *Bagasse* bergantung dari varietas dan kematangan tebu dan juga cara panen yang diaplikasikan serta efisiensi dari proses pengolahan gula.

Dalam taksonomi tumbuhan, bagasse dimasukkan kedalam klasifikasi sebagai berikut [7]:

Kingdom	: <i>Plantae</i> (tumbuhan)
Sub Kingdom	: <i>Viridiplantae</i> (tumbuhan hijau)
Infra Kingdom	: <i>Streptophyta</i> (tumbuhan darat)
Super Divisi	: <i>Embryophyta</i> (tumbuhan berembrio)
Divisi	: <i>Tracheophyta</i> (tumbuhan berpembuluh)
Sub Divisi	: <i>Spermatophyta</i> (tumbuhan berbiji)
Kelas	: <i>Liliana</i> (tumbuhan monokotil)
Ordo	: <i>Poales</i> (tumbuhan berbunga)
Famili	: <i>Poaceae</i> (padi-padian)
Genus	: <i>Saccharum Linn.</i> (Padi-padian tinggi)
Spesies	: <i>Saccharum officinarum Linn.</i>

Untuk setiap 100 ton tebu yang dihancurkan (*crushed*), sebuah pabrik gula menghasilkan sekitar 30 ton *wet bagasse*. Selama ini, ampas dari penggilingan tebu ini banyak dipakai sebagai bahan bakar, pakan ternak, bahan baku untuk kertas, dan lain-lain [8]. Bagasse memiliki komposisi sebagaimana ditunjukkan pada Tabel II.1 [18]

Tabel II.1 Komposisi Ampas Tebu (Bagasse)

Komponen	Soccol et al. (2011)	Rocha et al. (2011)	Bertoti et al. (2009)
α -Selulosa	32-44%	45,5%	47,5-51,1%
Hemiselulosa	27-32%	27%	26,7-28,5%
Lignin	19-24%	21,1%	20,2-20,8%
Ekstrak (<i>wax</i>)	<1%	4,6%	0,8-3%
Abu	4,5-9%	2,2%	<i>compounds</i>

Terdapat komponen yang menarik untuk diteliti dalam bagasse, yaitu kandungan silika dalam abu bagasse. Abu bagasse terkandung dalam bagasse sejumlah 4,5-9% berat dan 91,58-

99,37% dari berat abu bagasse adalah silika. Silika memiliki karakteristik sebagai material yang kokoh, sehingga dapat meningkatkan *modulus young* ketika bagasse disintesis menjadi aerogel selulosa [19].

II.4 Delignifikasi

Delignifikasi merupakan suatu tahapan untuk menghilangkan kandungan lignin dalam berbagai bahan organik. Terdapat beberapa metode yang dapat dipilih untuk melakukan delignifikasi. Diantaranya dengan metode *steam explosion*. Metode ini dilakukan dengan mengalirkan *steam* bertekanan tinggi ($12-28 \text{ kg/cm}^2$) selama 1-16 menit, kemudian melepaskan *steam* secara langsung untuk menimbulkan ledakan. Proses *steam explosion* ini terdiri atas pemecahan struktur lignoselulosa secara fisis oleh ekspansi adiabatik yang diikuti dengan autoklisis komponen sel. Hasil dari metode ini menunjukkan bahwa lignin dan hemiselulosa telah terhidrolisis menjadi senyawa dengan berat molekul yang lebih ringan, dan memiliki struktur kristal amorf selulosa [20].

Selain itu adalah dengan penggunaan asam lemah yaitu asam asetat, baik dalam bentuk *Sodium Chlorite-Acetic Acid* (SC-AA) maupun *Para-Acetic Acid* (PAA) yang dapat menghilangkan lignin hingga 89% dan dapat memberikan sedikit dampak pada rusaknya selulosa [21].

Metode lain dalam melakukan delignifikasi adalah dengan variasi waktu hidrolisis dan konsentrasi NaOH. Dari hasil penelitian ini, ditemukan bahwa delignifikasi yang paling baik diperoleh pada variabel waktu hidrolisis 4 jam dengan kondisi operasi 150°C dengan konsentrasi NaOH sebesar 6%. Berdasarkan analisa *Kappa Number* diperoleh nilai sebesar 15 dengan kadar selulosa sebesar 94,24% [17]

II.5 Aerogel Selulosa

Aerogel adalah padatan yang memiliki banyak pori, sehingga menjadikannya bahan yang sangat ringan dengan hanya

1-15% terdiri dari padatan, serta memiliki luas permukaan yang besar. Walaupun kebanyakan aerogel masih diproduksi dari silika, aerogel dapat juga diproduksi dari metal oksida, karbon, ataupun polimer sintesis tertentu. Aerogel terbentuk dari nanopartikel yang terikat satu sama lain membentuk rantai dan struktur 3 dimensi yang stabil, jarak antar titik temu rantai dalam struktur berkisar pada 10-100 nm. Berdasarkan sifat struktural tersebut, aerogel telah banyak diketahui sebagai insulator termal, superkapasitor, media penyimpanan gas, dan berfungsi sebagai inti densitas rendah pada struktur atau sebagai tempat untuk pengendapan nano partikel anorganik [22].

Aerogel selulosa memiliki volume pori yang sangat besar dan ringan. Kondisi tersebut memberikan keuntungan untuk mengaplikasikan aerogel selulosa pada proses pengemasan, isolasi panas, dan sebagai superabsorben [23].

Berdasarkan ukuran pori-pori yang utama, IUPAC mengklasifikasikan material berpori menjadi 3 kelas:

- a. (1) mikropori, dengan ukuran pori $< 2,0$ nm
- b. (2) mesopori, dengan ukuran pori 2-50 nm
- c. (3) makropori, dengan ukuran pori > 50 nm

Kemampuan absorpsi suatu zat dipengaruhi oleh luas permukaan, baik itu permukaan luar maupun permukaan dalam pada pori-pori suatu padatan, semakin besar luas permukaan suatu padatan, semakin besar kemampuan absorpsinya. Semakin kecil ukuran suatu padatan, dengan jumlah berat yang sama dibandingkan dengan padatan yang sama yang memiliki ukuran yang lebih besar, lebih luas permukaan padatan yang memiliki ukuran yang lebih kecil. Semakin banyak jumlah pori-pori suatu padatan semakin luas permukaannya. Zat absorpsi yang baik adalah zat yang memiliki luas permukaan yang besar, yaitu yang memiliki banyak pori-pori dan ukurannya kecil [24].

II.6 Silika

Selulosa termasuk ke dalam anion dan silika termasuk ke dalam kelompok kation. Gel nanopartikel silika yang terbentuk ini akan menempel dan tersebar di permukaan selulosa karena adanya gaya elektrostatis dan ikatan hidrogen [25]. Pada dasarnya, silika mula-mula berbentuk larutan yang kemudian mengalami gelasi dan menjadi partikel solid. Kecepatan silika dalam berubah fasa bergantung pada gugus pembawa silika yaitu natrium silikat dan gugus alkoksida. Gugus alkoksida seperti tetrametoksisilan (TMOS) tetraetoksisilan, (TEOS) bereaksi lambat dalam larutan, sehingga lebih maksimal dalam melapisi (*coating*) material; tetapi tidak larut dalam air, sehingga membutuhkan pelarut mutual sebagai agen homogenisasi; dan harganya mahal. Walaupun natrium silikat (*water glass*) bereaksi lebih cepat dan lebih cenderung untuk terkoagulasi dibandingkan gugus alkoksida, natrium silikat memiliki harga yang lebih murah, larut dalam air, lebih mudah untuk digelasi pada pH rendah, dan tidak beracun [26]

II.7 Penelitian terdahulu

Dalam menunjukkan kebaruan dalam penelitian ini, maka dilakukan studi literatur terkait penelitian terdahulu yang berhubungan dengan tema besar dari penelitian ini.

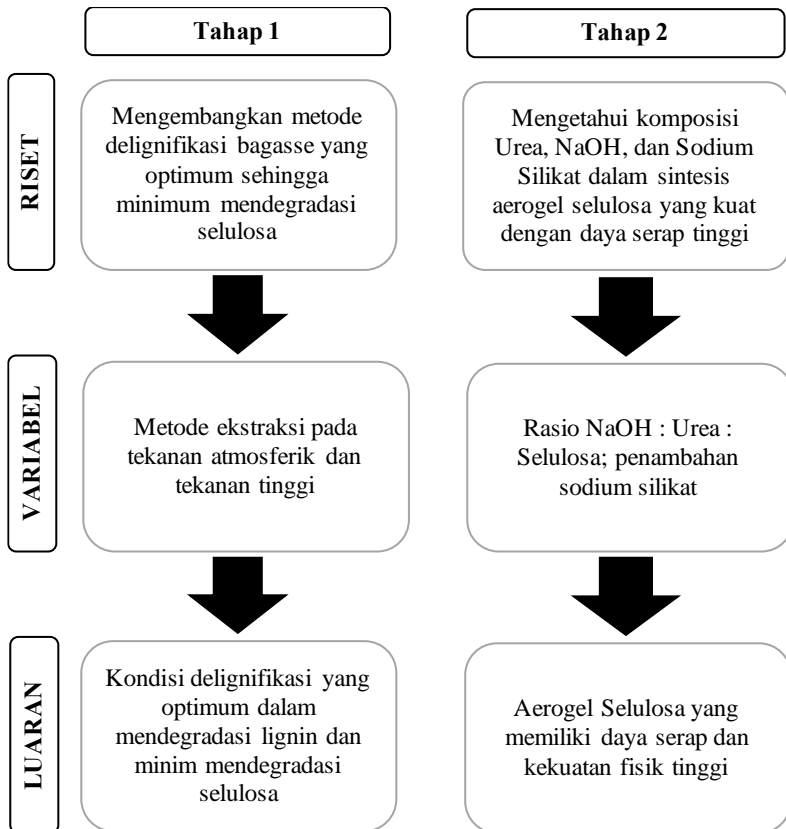
Pembuatan aerogel selulosa berbasis kertas dilakukan dengan melarutkan pulp kertas dalam larutan NaOH dan Urea dengan perbandingan tertentu, lalu didinginkan hingga terjadi gelasi, kemudian dikoagulasi menggunakan etanol pekat dan dikeringkan dengan metode *freeze drying* pada temperatur -18°C pada tekanan vakum. Hal ini dilakukan untuk mempertahankan struktur selulosanya agar tidak runtuh. Penelitian ini menghasilkan superabsorben aerogel selulosa yang mampu menyerap air hingga 24,105 kali massa keringnya, sedangkan superabsorbent ini memiliki kekuatan fisis yang lemah dengan besar modulus young sebesar 10.200 N/m^2 [5].

Melihat kekuatan fisis yang cenderung rendah, silika dilirik sebagai tambahan material yang dapat meningkatkan sifat fisik dari superabsorben aerogel selulosa. Maka dilakukan penambahan silika berupa SiO_2 yang didapat dari Natrium Silikat ($\text{NaO} \cdot x\text{SiO}_2$), dan didapatkan Natrium Silikat 4% berat mampu meningkatkan *modulus young* hingga 61.303 N/m^2 [6].

Telah diketahui bahwa konten silika dapat meningkatkan kekuatan fisis dari superabsorben aerogel selulosa, maka bagasse dipilih sebagai bahan baku karena memiliki kandungan silika hingga 9% [18] [19]. Namun, kandungan lignin yang terdapat dalam bagasse harus didegradasi dengan penambahan larutan NaOH dan pemanasan selama beberapa jam. Lignin dapat terdegradasi hingga 94% dengan mengekstraksi bagasse menggunakan larutan NaOH 0,5-6% berat pada temperatur 150°C selama 4 jam [21].

BAB III METODOLOGI PENELITIAN

III.1 Alur Penelitian



Gambar III.1 Bagan Alir Penelitian

Pada penelitian ini terdiri dari 2 tahap yang meliputi tahap delignifikasi dan sintesis aerogel selulosa sebagaimana tercantum pada Gambar 3.1. Pada tahap pertama, dua metode delignifikasi dibandingkan jumlah penurunan kandungan ligninnya. Sedangkan pada tahap kedua, dipelajari pengaruh variasi jumlah Urea dan Silika terhadap absorptivitas dan kekuatan fisik aerogel selulosa yang dihasilkan.

III.2 Bahan dan Alat Penelitian

III.2.1 Bahan Penelitian

Bahan-bahan yang digunakan pada penelitian ini adalah *bagasse* dari Pabrik Gula Kremboong milik PT. Perkebunan Nusantara XI, air demineral, Natrium Hidroksida (NaOH), Urea ($\text{CO}(\text{NH}_2)_2$), Etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), Asam Sulfat (H_2SO_4), Kalium Iodida, Kalium Permanganat (KMnO_4), Natrium Tiosulfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$), Kalium Bikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), Metanol (CH_3OH), *Ferro Ammonium Sulfate*, indikator ferroin, dan kertas saring.

III.2.2 Alat Penelitian

Alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah mesin penggilingan *bagasse*, 1 set pengayak dengan ukuran *sieve* 100 mesh, *furnace*, *hot plate* dan *stirrer*, neraca analitik, reaktor *stainless steel*, labu Erlenmeyer, mesin *blender*, *beaker glass*, 1 set labu distilasi *reflux*, *oil bath*, gelas ukur, corong kaca, pipet volum, pipet tetes, pengaduk kaca, spatula, oven, cawan keramik, *freezer*, *vacuum pump*, selang gas bertekanan, *moisture trap*, *sample jar*, *syringe pump*, pH-meter, dan sarung tangan.

III.3 Prosedur Penelitian

III.2.1 Persiapan Bahan Baku

Penelitian ini akan diawali dengan persiapan *bagasse* untuk selanjutnya lignin dari *bagasse* diekstrak (delignifikasi),

pada tahap ini dilakukan tahapan mekanis yakni pengecilan ukuran *bagasse* yang akan didelignifikasi.

Pertama-tama *bagasse* dikeringkan dalam oven dengan suhu 80°C selama 2 jam hingga dirasa *moisture content*-nya berkurang. *Bagasse* yang telah kering kemudian dimasukkan ke dalam mesin penggiling untuk dikecilkan ukurannya. Setelah *bagasse* digiling, penghalusan lebih lanjut dilakukan menggunakan mesin *blender* dalam kondisi kering. Setelah itu *bagasse* yang lebih halus diayak di mesin pengayak dengan ukuran ayakan 100 mesh untuk menyeragamkan ukuran partikel *bagasse* yang akan diproses lebih lanjut.

III.2.2 Delignifikasi

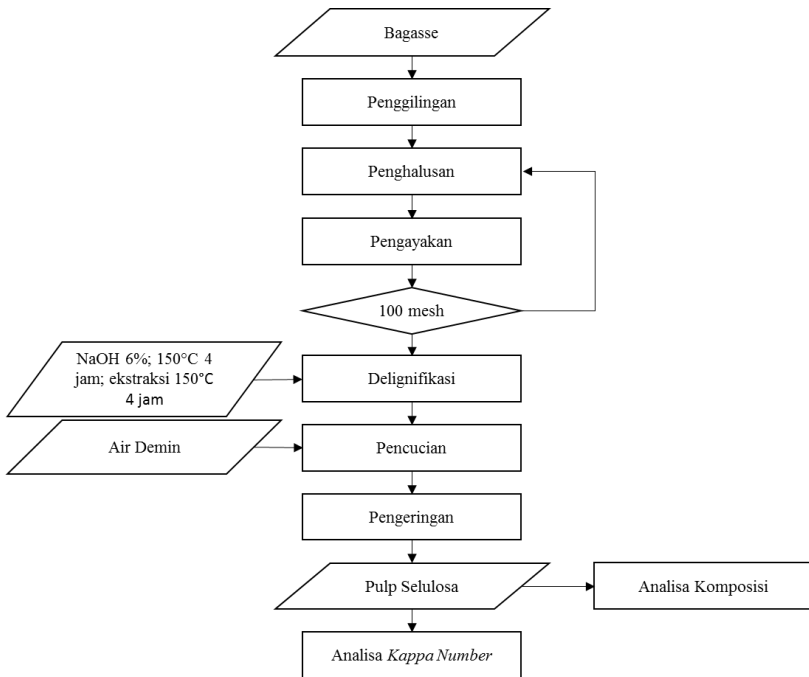
Setelah *bagasse* yang diperoleh sudah berukuran homogen, proses delignifikasi dapat dilakukan. Delignifikasi dilakukan dengan melarutkan *bagasse* ke dalam larutan NaOH 6% yang kemudian dipanaskan dalam *muffle furnace* pada temperatur 150°C selama 4 jam [17]. Konsentrasi NaOH berbanding lurus dengan kadar lignin di dalam *pulp* hasil delignifikasi namun konsentrasi yang terlalu tinggi (di atas 15%) tidak hanya akan mendegradasi lignin tetapi juga selulosa, sehingga berakibat pada kadar selulosa yang terbentuk justru semakin rendah. Selain itu, waktu pemanasan juga berpengaruh pada hasil delignifikasi, karena semakin lama pemanasan juga akan mengakibatkan degradasi selulosa berlebih. Pemanasan di dalam *muffle furnace* ini dilakukan dengan menggunakan reaktor hidrolisis berbahan *stainless steel* yang kedap udara sehingga akan tetap aman ketika tekanan menjadi tinggi sebagai akibat dari proses pemanasan. Adapun reaktor yang dimaksud dapat dilihat pada Gambar III.2.



Gambar III.2 Reaktor Delignifikasi

Tahap selanjutnya adalah mencuci *pulp* hasil delignifikasi dengan menggunakan *demineralized water* hingga warna tetesan filtrat yang awalnya hitam kecoklatan menjadi warna bening. Kemudian sebagian *pulp* dikeringkan dengan menggunakan *oven* pada temperatur 80°C selama 2 jam untuk diketahui jumlah air yang terkandung di dalamnya.

Setelah itu, *pulp* kering ditimbang untuk selanjutnya dilakukan analisa *Kappa Number* untuk mengetahui kadar lignin yang tersisa dalam *pulp*. Selain itu larutan hitam yang telah didapatkan dianalisa komposisi selulosanya.



Gambar III.3 Flow Diagram Delignifikasi

III.2.3 Sintesis Aerogel Selulosa dari *Bagasse* Sebagai Superabsorben

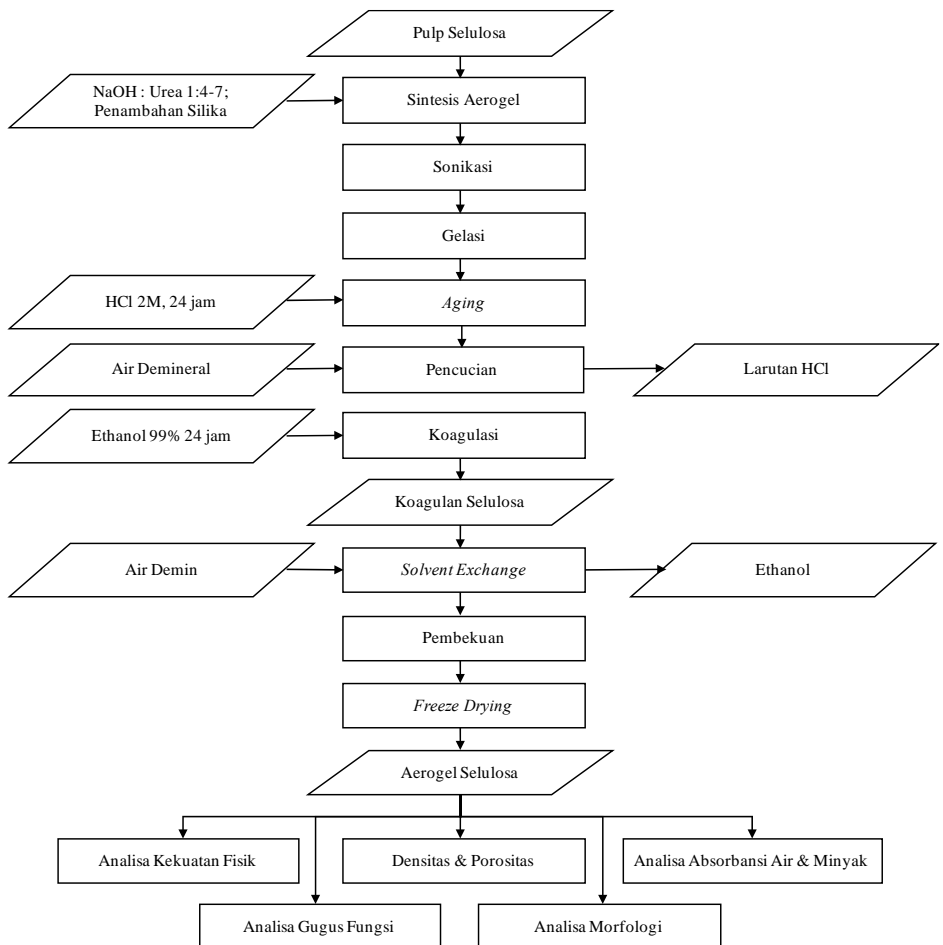
Setelah diperoleh *pulp* selulosa dengan kadar selulosa yang tinggi dan kadar lignin yang rendah, dilakukanlah tahap pembuatan aerogel yang dimulai dengan mencampurkan pulp dengan sodium silikat dengan komposisi 30%, 40%, 50%, dan 60% massa SiO_2 yang direaksikan dalam kondisi dingin. Hal ini akan membuat silika terimpregnasi ke dalam pori-pori gel selulosa [6]. Kemudian pulp dicampurkan dengan NaOH dan Urea dengan berbagai macam perbandingan. Jumlah NaOH:Urea yang ditambahkan divariasikan dengan perbandingan 1:4, 1:5, 1:6, dan 1:7. Kemudian

dilakukan sonikasi selama kurang lebih 30-60 menit untuk mendispersikan selulosa ke dalam larutan urea-NaOH.

Selanjutnya, campuran didinginkan pada temperatur -5°C selama 24 jam sehingga membentuk gel. Gel yang terbentuk kemudian direaksikan dengan larutan HCl 2M selama 18 jam sehingga membentuk gel yang ketika selanjutnya dicuci dengan air demin, larutan tersebut mencapai pH 4. Langkah berikutnya adalah perendaman gel dengan etanol 99% vol sebanyak 20 mL selama 24 jam untuk tahap koagulasi.

Setelah itu, proses dilanjutkan dengan tahap *solvent exchange* dari etanol menjadi *demineralized water* sehingga seluruh etanol terlepas dari spesimen, proses perendaman ini dilakukan kurang lebih selama 48 jam. Sampel kemudian didinginkan pada temperatur -20°C selama 12 jam untuk selanjutnya dilakukan pengeringan dengan metode *freeze drying* [6].

Setelah didapatkan aerogel selulosa kering, maka dilakukan 5 jenis analisa yaitu *modulus young* untuk menentukan kekuatan fisik; Analisa absorbansi dengan media air dan minyak (oli); Analisa mekanis untuk mengukur kekuatan tarik dan tekan; Analisa gugus fungsi dalam aerogel selulosa; dan Analisa morfologi untuk mengetahui struktur fisik dalam aerogel selulosa.



Gambar III.4 Flow Diagram Sintesis Aerogel Selulosa

III.4 Karakterisasi

Superabsorben aerogel selulosa yang dihasilkan dari penelitian ini perlu dikarakterisasi untuk memastikan bahwa aerogel selulosa yang dihasilkan telah memenuhi kriteria superabsorben. Adapun beberapa karakterisasi yang dilakukan antara lain:

a) Analisa Kadar Lignin

Kadar lignin di dalam sampel setelah tahap delignifikasi perlu dianalisa untuk mengetahui seberapa efektif tahap delignifikasi yang dilakukan dengan mengetahui sisa sadar lignin yang terdapat dalam sampel. Analisa ini dilakukan dengan menggunakan analisa Kappa Number yang dilakukan dengan mengikuti SNI 0494:2008. Kappa Number merupakan volume KMnO_4 0,1 N yang dikonsumsi oleh 1 gram pulp (kering). Adapun tahapan dalam analisa ini dimulai dengan mempersiapkan pulp kering dengan memanaskan dalam oven pada temperatur 80°C . Selanjutnya 25 ml KMnO_4 dicampurkan dengan 50 mL H_2SO_4 ke dalam *beaker glass*. Setelah larutan mencapai temperatur ruangan, *pulp* dicampurkan ke dalamnya dan kemudian diaduk dengan penambahan *distilled water* sebanyak 35 mL. Pengadukan dilakukan selama 10 menit, dimana pada menit terakhir reaksi dihentikan dengan penambahan 10 mL larutan KI. Selanjutnya campuran yang terbentuk dititrasi dengan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, dan indikator amilum. Volume titrat yang diperlukan ini selanjutnya digunakan untuk perhitungan *Kappa Number* sesuai dengan SNI 0494:2008.

b) Analisa Kadar Selulosa

Selain kadar lignin, juga perlu dilakukan analisa kandungan selulosa yang terdapat dalam *pulp* setelah tahap delignifikasi. Analisa kadar selulosa dalam pulp dilakukan dengan menggunakan standar analisa SNI 0444:2009 mengenai Pulp-Cara uji kadar selulosa alfa, beta, dan gamma. Untuk selulosa alfa, prosedur

analisa dimulai dengan memanaskan corong dan botol timbang pada temperatur 105°C sampai berat konstan kemudian didinginkan dalam desikator. Kemudian dua sampel *pulp* yang akan diuji disiapkan masing-masing sebanyak 1,5 gram untuk selanjutnya dicampurkan dengan 75 mL larutan NaOH 17,5% di dalam beaker glass berukuran 300 mL dan waktu pencampuran ini dicatat. Selanjutnya campuran diaduk hingga homogen dan *pulp* terdispersi sempurna tanpa terbentuk gelembung udara dalam suspensi *pulp* selama proses pengadukan. Ketika pulp telah terdispersi, ditambahkan 25 mL larutan NaOH 17,5% kemudian diaduk hingga homogen. Setelah 30 menit dari penambahan pertama larutan NaOH, ditambahkan 100 mL *distilled water* ke dalam suspensi dan diaduk hingga homogen. Dan kemudian suspensi disimpan selama 30 menit sehingga total waktu ekstraksi keseluruhan adalah 60 menit. Setelah 60 menit, suspensi dituangkan ke dalam corong dan 20 mL filtrat pertama dibuang, sedangkan 100 mL sisanya dikumpulkan dalam labu takar. *Pulp* diusahakan untuk tidak disiram dengan *distilled water* dan dijaga agar tidak ada gelembung yang melewati pulp pada saat disaring, selanjutnya sebanyak 25 mL filtrat dicampurkan dengan 10 mL larutan $K_2Cr_2O_7$: 0,5 N ke dalam labu 250 mL dan kemudian ditambahkan 50 mL H_2SO_4 , pekat dengan menggoyangkan labu. Larutan dibiarkan tetap panas pada temperatur 125 selama 15 menit kemudian ditambahkan 50 mL *distilled water* dan didinginkan pada temperatur ruangan setelah itu ditambahkan 2 tetes indikator ferroin dan titrasi dengan larutan ferro ammonium sulfate 0,1 N sampai berwarna ungu. Setelah selesai titrasi, dilakukan titrasi lain terhadap larutan blanko dengan mengganti filtrat *pulp* dengan 12 mL larutan NaOH 17,5% dan 12,5 mL *distilled water*. Selanjutnya dilakukan perhitungan sebagaimana SNI 0444:2009.

Sedangkan analisa beta dan gamma selulosa dilakukan dengan menggunakan 50 mL filtrat yang dicampurkan dengan 50 mL H_2SO_4 3 N kemudian diaduk. Lalu campuran dipanaskan pada temperatur 70°C beberapa menit untuk mengkoagulasikan selulosa beta. Setelah endapan mengendap sempurna selama 24 jam, larutan disaring untuk mendapatkan larutan yang lebih jernih. Selanjutnya 50 mL larutan jernih dicampurkan dengan 10 mL larutan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0,5 N ke dalam labu 300 mL dan ditambahkan lagi 90 mL Hiso pekat kemudian dibiarkan panas selama 15 menit. Selanjutnya dilakukan titrasi sebagaimana metode sebelumnya. Akan tetapi untuk titrasi larutan blanko dilakukan dengan mengganti lantan dengan 12,5 mL lantan NaOH 17,5%, 12,5 mL aquadest, dan 25 mL H_2SO_4 3 N. Dan tahap terakhir adalah dilakukan perhitungan sebagaimana SNI 0444:2009

c) Analisa Kemampuan Penyerapan Air

Untuk mengetahui kapasitas absorpsi sampel aerogel selulosa untuk menyerap air dapat dilakukan dengan Water Absorption Test sesuai dengan ASTM D570-98 yang telah dimodifikasi. Sampel kering ditimbang dan direndam dalam 800 mL *demineralized water* selama 20 menit. Setelah proses perendaman, sampel basah diangkat dengan kecepatan 20 cm/menit dengan bantuan *controlized motor*. Kelebihan air pada permukaan sampel dihilangkan dengan menggunakan kartas saring. Selanjutnya sampel yang basah ditimbang. Setelah ditimbang, sampel basah tersebut diperas kemudian ditimbang lagi (ASTM Standard)

d) Analisa Densitas dan Porositas

Densitas aerogel selulosa diketahui dengan menggunakan persamaan berikut:

$$\rho = \frac{m}{V}$$

Dimana m adalah massa sampe dalam gram dan V adalah volume sampel dalam cm^3 . Sedangkan porositas aerogel dihitung berdasarkan persamaan berikut:

$$P = \frac{V - m/\rho_c}{V}$$

Dimana ρ_c adalah *bulk density* selulosa bagasse, yakni sebesar $0,32 \text{ g cm}^{-3}$ [26].

e) Analisa Gugus Fungi

Untuk mengetahui gugus fungsi yang terdapat dalam aerogel selulosa, dapat dilakukan dengan menggunakan analisa Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy. Analisa ini memanfaatkan penyerapan panjang gelombang cahaya infrared untuk mengidentifikasi gugus fungsi pada senyawa organik. Analisa dilakukan pada panjang gelombang $400\text{-}4000 \text{ cm}^{-1}$.

f) Analisa Kemampuan Penyerapan Minyak

Untuk mengetahui kapabilitas sampel aerogel selulosa untuk menyerap minyak, dapat dilakukan dengan Oil Absorption Test sesuai dengan ASTM F726-06. Analisa ini dilakukan sama dengan analisa *water absorption test*. Saat sampel basah diangkat dari rendaman, kelebihan minyak dibiarkan menetes selama 30 detik. Minyak yang digunakan adalah oli dengan viskositas SAE 20W50 (ASTM Standard).

g) Morfologi Aerogel Selulosa

Untuk mengamati morfologi dari aerogel selulosa secara visual dapat dianalisa dengan Scanning Electron Microscopy (SEM). Sebelum melakukan analisa SEM, sampel yang akan diuji terlebih dulu dipreparasi dengan metode *cryocrushing* dengan tujuan untuk fibrilasi secara mekanik terhadap serat serta selulosa. Metode ini dilakukan dengan cara merendam aerogel ke dalam

nitrogen cair dan kemudian dihaluskan dengan *mortar and pestle*. Salah satu manfaat dari pemberian tekanan terhadap selulosa beku adalah untuk memecah dinding sel selulosa dengan kristal es sehingga dapat membebaskan serat-serat berukuran nanometer.

h) Ketahanan Temperatur Aerogel

Untuk mengetahui hubungan antara penyusutan berat terhadap temperatur atau dengan kata lain ketahanan aerogel terhadap temperatur dapat dianalisa dengan Thermo Gravimetri Analysis (TGA). Aerogel selulosa dipanaskan hingga suhu 600°C dengan *heating rate* 5°C/menit.

i) Modulus Young dan Fleksibilitas Aerogel

Untuk mengetahui nilai Modulus Young dan karakter fleksibilitas aerogel selulosa, maka perlu dilakukan *compression test*. Analisa ini digunakan untuk mengetahui perubahan ketinggian dari aerogel selulosa ketika diberi tekanan. Perubahan tersebut akan menunjukkan fleksibilitas dari ikatan serat yang ada pada aerogel selulosa tersebut. Sampel diletakkan pada sebuah alas datar lalu kemudian diberi beban awal sebesar 50 gram. Selanjutnya beban ditambah hingga mencapai 1000 gram dengan interval penambahan sebesar 50 gram dan dicatat perubahan ketinggian sampel tiap penambahan beban yang telah dilakukan.

BAB IV

HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN

Pada penelitian ini serat selulosa daur ulang yang digunakan berasal dari ampas tebu atau biasa disebut bagasse. Langkah pertama sintesis aerogel selulosa ini adalah mempersiapkan bahan baku bagasse hingga berukuran 100 mesh. Kemudian langkah kedua adalah proses delignifikasi dengan untuk melarutkan lignin yang menempel pada bagasse. Kemudian langkah ketiga adalah melakukan sintesa aerogel selulosa dengan menggunakan larutan NaOH-Urea. Langkah terakhir atau keempat adalah karakterisasi aerogel selulosa.

Dilakukan beberapa analisa baik sebelum sintesis maupun setelah sintesis aerogel selulosa. Kandungan lignin dan selulosa dalam bagasse saat sebelum dan sesudah delignifikasi diuji dengan uji Chesson, Bilangan Kappa dan Kadar selulosa. Uji Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) untuk mengetahui gugus fungsi saat setelah penambahan NaOH Urea dan penambahan Natrium Silikat. Kemudian aerogel selulosa yang dihasilkan diukur densitas dan porositasnya, lalu dilakukan uji absorptivitas dengan menggunakan metode *water absorption test* untuk mengetahui kemampuan menyerap air dan *oil absorption test* untuk mengetahui kemampuan menyerap minyak. Setelah itu dilakukan uji Compression Test untuk mengetahui fleksibilitas dari aerogel selulosa yang diperoleh. Selain itu juga dilakukan uji Thermo Gravimetric Analysis untuk mengetahui hubungan antara penyusutan berat terhadap temperatur, uji Brunauer–Emmett–Teller (BET) untuk mengetahui luas permukaan dan volume pori, dan uji Scanning Electron Microscopy (SEM) untuk mengetahui morfologi aerogel selulosa.

IV.1. Delignifikasi

Proses delignifikasi dilakukan dengan menggunakan 2 alat yang memiliki kondisi operasi berbeda. Alat pertama yakni menggunakan reaktor hidrothermal yang menggunakan *muffle furnace* dengan tekanan operasi 6 bar dalam proses delignifikasinya, dan alat kedua yakni rangkaian penangas yang dikombinasikan dengan kondensor reflux sehingga beroperasi pada tekanan atmosferik. Kedua alat ini beroperasi pada suhu 150°C.



Gambar IV.1 Alat untuk delignifikasi dengan (a) Reaktor Hidrothermal dan (b) Penangas & Reflux

Pulp bagasse direaksikan dengan NaOH 6% berat dan dipanaskan dalam *muffle furnace* pada temperatur 150°C selama 4 jam, pulp kemudian dibersihkan dengan dilewatkan air demineral hingga seluruh larutan berwarna gelap yang merupakan Na-Lignin telah terlarut (tetesan filtrat menjadi bening).

Pulp yang telah dikeringkan kemudian ditimbang dan diuji dengan Uji Chesson untuk menentukan kandungan lignin dan selulosa. Juga dilakukan analisa *Kappa Number* nya sesuai SNI 0494:2008 untuk menentukan kadar lignin yang terkandung didalamnya. Semakin banyak lignin yang tersimpan maka reaksi pembuatan aerogel akan semakin sulit terjadi karena sifat alami lignin yang amorf, melindungi selulosa dan sulit bereaksi. Selain itu dilakukan Analisa komposisi α -selulosa, β - selulosa, dan

hemiselulosa yang terkandung didalam pulp yang telah terdelignifikasi dengan menggunakan SNI 0444:2009. Hasil yang diperoleh dapat dilihat pada Tabel IV.1 dan IV.2:

Tabel IV.1 Analisa Kappa Number & Komposisi Selulosa pada Bagasse pada Proses Delignifikasi

Analisa	<i>Raw Bagasse</i>	Reaktor Hidrotermal	Penangas & Reflux
Bilangan Kappa	8,9 ml/g	1,82 ml/g	8,23 ml/g
α -Selulosa	75,5230 %	85,3867 %	77,7150 %
β -Selulosa	19,2300 %	6,9413 %	5,8450 %
Hemiselulosa	5,1146 %	7,6720 %	16,4400 %

Tabel IV.2 Hasil Uji Kandungan Lignin dan Selulosa menggunakan Uji Chesson

Komponen Penyusun	<i>Raw Bagasse</i>	<i>Delignified Bagasse</i>
Lignin	25,43 %	9,76 %
Selulosa	21,48 %	63,78 %

Pada tabel diatas terlihat bahwa proses delignifikasi dengan reaktor hidrotermal menunjukkan penurunan bilangan kappa yang lebih besar yakni sebesar 7,08 ml KMnO₄ 0,1 N/ gram pulp dibandingkan dengan penangas dan kondensor reflux yang hanya

menurunkan bilangan kappa 0,67 ml KMnO₄ 0,1 N/ gram pulp. Hal ini disebabkan adanya tekanan tinggi dalam reaktor hidrothermal yang berdasarkan persamaan Tekanan Uap (Antoine) dengan konstanta Antoine untuk air yakni A = 5,11564; B = 1687,537; dan C = 230,17:

$$\log P^{vp} = A - \frac{B}{C + T}$$

Menghasilkan tekanan uap air yakni 6,1732 bar. Pada perhitungan ini, dianggap sudah tidak terdapat kandungan air dalam bagasse karena bagasse sudah dikeringkan sebelumnya selama 2 jam pada suhu 80°C. Acuan perhitungan Tekanan Uap adalah properti air karena air adalah satu-satunya solvent dalam sampel. Walaupun pulp dilarutkan dengan NaOH 6%, yang melarutkan NaOH juga adalah air.

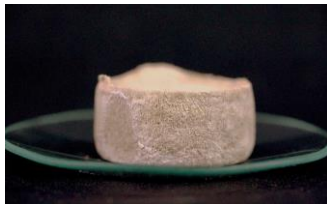
Steam explosion (SE) memang umum digunakan pada proses pemisahan biomassa seperti selulosa karena SE akan memecah struktur lignoselulosa. SE akan menginisiasi defibrasi dan autohidrolisis lignin dan melarutkan hemiselulosa. Hal itu menyebabkan pula persentase hemiselulosa yang terkandung dalam pulp yang didelignifikasi menggunakan reaktor hidrothermal lebih kecil daripada yang menggunakan penangas terangkai kondensor refluks. Maka dalam penelitian ini, proses delignifikasi dilakukan kondisi operasi tekanan tinggi dengan menggunakan reaktor hidrothermal.

IV.2. Aerogel Selulosa

IV.2.1 Penampakan Fisik

Proses sintesis superabsorben aerogel selulosa dari bagasse diakhiri dengan pengeringan menggunakan *freeze dryer* sehingga diperoleh aerogel selulosa yang kering. Aerogel selulosa yang dihasilkan dapat dilihat pada Gambar IV.2.

Apabila dilihat secara fisik, superabsorben aerogel selulosa yang dihasilkan memiliki warna coklat muda dan berbentuk silinder. Apabila dilihat lebih teliti, pada permukaan terdapat rangkaian serat-serat selulosa yang membentuk suatu ikatan yang semakin rapat pada perbandingan selulosa:NaOH:Urea yang lebih tinggi. Jadi, secara tampilan fisik, tidak ada perubahan secara signifikan untuk setiap variasi urea yang ditambahkan.



(a)



(b)



(c)



(d)

Gambar IV.2 Kenampakan fisik superabsorben aerogel selulosa pada variasi perbandingan NaOH:Urea 1:4 (a), 1:5 (b), 1:6 (c), dan 1:7 (d)

Sedangkan untuk aerogel selulosa dengan variasi konsentrasi silika, secara penampakan fisik terlihat sedikit berbeda warnanya dengan aerogel selulosa tanpa penambahan silika pada Gambar IV.2. Warna aerogel selulosa dengan variabel penambahan silika pada Gambar IV.3. terlihat lebih putih warnanya karena pengaruh dari adanya konten silika dalam aerogel selulosa. Apabila



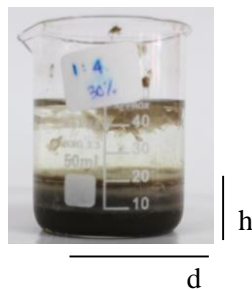
Gambar IV.3 Kenampakan fisik superabsorben aerogel selulosa pada variabel perbandingan NaOH:Urea 1:6 dan variabel silika 30% massa.

diamati lebih detail, bagian dinding aerogel selulosa terlihat lebih halus karena terlapisi oleh partikel-partikel silika.

IV.2.2 Perubahan Volume Pulp

Pulp yang didapat kemudian direaksikan untuk mendapatkan fenomena *crosslink* dengan penambahan NaOH dan Urea dengan variasi berat 1:4; 1:5; 1:6; dan 1:7. Masing-masing variabel divariasikan dengan Sodium silikat dengan komposisi massa 0% SiO₂, 30% SiO₂, 40% SiO₂, 50% SiO₂, dan 60% SiO₂. Perbandingan masing-masing material disini dilakukan dengan perbandingan massa, bukan perbandingan mol. Hal ini disebabkan karena dalam reaksi *crosslink* yang diharapkan bereaksi hanya kaki-kaki selulosa, dimana sebagian besar rantai C berikatan dengan C yang lain [25].

Pulp yang direaksikan menggunakan sodium silikat terdiri dari 2 jenis, yaitu pulp yang telah dikeringkan dan pulp yang direaksikan masih dalam kondisi masih basah. Berhasil tidaknya selulosa dengan terjadi *crosslink* akan terlihat dari penambahan volume aerogel setelah ditambahkan sodium silikat, NaOH dan urea. Adapun perubahan volume aerogel didapatkan dengan menghitung luas diameter dalam gelas beaker 50 ml dan tinggi aerogel selulosa, dan didapatkan hasil sebagai berikut



Gambar IV.4 Pengukuran Volume Aerogel Selulosa

Tabel IV.3 Perubahan Volume Aerogel untuk Pulp Kering dan Basah

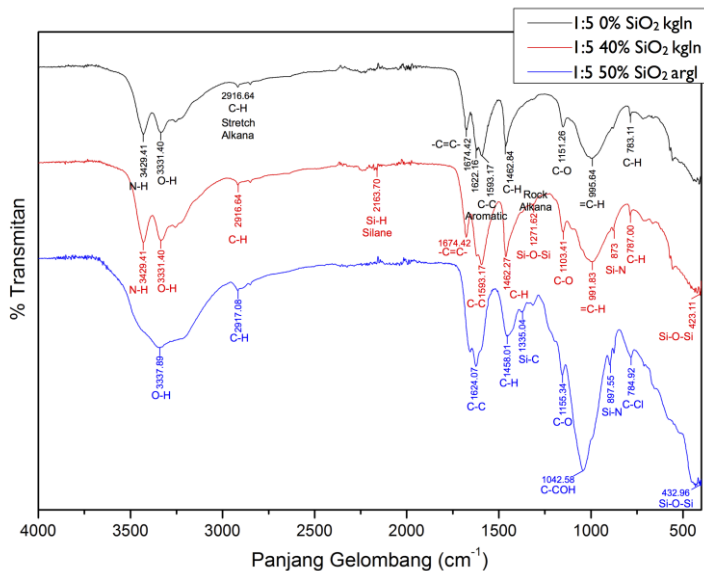
Komponen SiO ₂	$\Delta V \text{ (mm}^3\text{)}$			
	Pulp Basah		Pulp Kering	
1:4 – 0% SiO ₂	969.81	5.22%	900.54	5.22%
1:4 – 30% SiO ₂	4294.87	21.83%	2770.88	15.38%
1:4 – 40% SiO ₂	8035.57	42.96%	1108.35	5.67%
1:4 – 50% SiO ₂	8589.74	43.06%	2216.71	10.96%
1:4 – 60% SiO ₂	9559.55	45.39%	1939.62	8.86%

Pada tabel diatas terlihat bahwa untuk proses *crosslink* pada pulp yang masih basah menunjukkan pertambahan volume yang lebih tinggi daripada ketika aerogel selulosa diproduksi menggunakan pulp kering (*redispersed*). Hal ini terjadi disebabkan oleh sisa lignin yang terdapat pada pulp akan kembali mengikat selulosa dan cenderung untuk membentuk aglomerat daripada berikatan dengan selulosa yang lain [25] . Sehingga ketika dilihat, pada aerogel selulosa yang disintesis dari pulp kering, butiran pulp terlihat lebih jelas dan terpisah menjadi 2 *layer* antara larutan NaOH-Urea-Sodium silikat, sedangkan pada aerogel selulosa yang menggunakan pulp basah terlihat bahwa pulp telah terdispersi dengan baik.

Selain itu, pada Tabel IV.3. terlihat bahwa dengan adanya penambahan SiO_2 akan menambah volume aerogel semakin besar. Hal ini disebabkan adanya ikatan hydrogen dari $\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2$ dengan selulosa yang membentuk lapisan silika pada selulosa, sehingga volume serat selulosa bertambah.

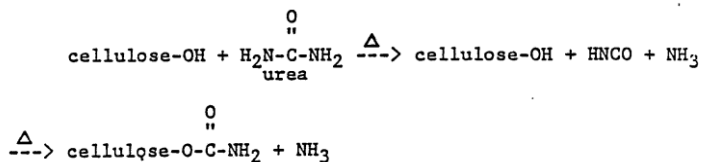
IV.3. Analisa Gugus Fungsi

Setelah terbentuk aerogel selulosa, maka dilihat gugus fungsi yang terbentuk. Pada subbab ini dibandingkan antara pulp bagasse yang masih berbentuk koagulan dengan penambahan NaOH dan Urea; dengan penambahan NaOH, Urea, dan Silika; serta aerogel selulosa yang telah disintesis dengan penambahan lanjut HCl dan Etanol.



Gambar IV.5 Analisa Gugus Fungsi Aerogel Selulosa menggunakan FTIR

Berdasarkan Gambar IV.5, terlihat bahwa urea telah menjadi *crosslink agent* karena terbentuk ammoniak dengan gugus N-H pada wavenumber 3400-355 cm^{-1} dengan reaksi yang menghasilkan ammonia, sebagai berikut:



Gambar IV.6 Reaksi crosslink selulosa dan urea

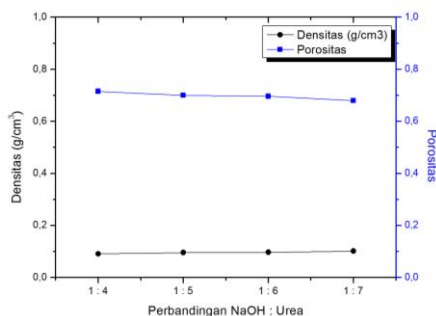
Selain itu, terdapat pula ikatan Silika pada aerogel dengan komposisi NaOH:Urea 1:5 pada variasi Sodium Silikat 40% SiO_2 dengan gugus Si-H dalam bentuk silane (wavenumber 2100 – 2300 cm^{-1}), Si-C (wavenumber 1271,62 cm^{-1}), Si-O-Si (wavenumber 1103,41 cm^{-1}), dan Si-N (wavenumber 873 cm^{-1}). Gugus Si-N menunjukkan bahwa ketika proses penambahan Sodium silikat dilakukan di awal (sebelum NaOH-Urea), maka urea tidak hanya bereaksi dengan Selulosa, namun juga dengan Silika.

Pada sampel yang sudah berbentuk aerogel dengan perbandingan NaOH:Urea 1:5 dan variabel silika 50%; selain sudah ditambahkan NaOH, Urea, dan Silika, sampel juga sudah dicampurkan dengan HCl dan Etanol. HCl ditambahkan pada sampel agar mengikat silika yang sudah ditambahkan di awal proses sintesis, sedangkan etanol ditambahkan untuk koagulasi.

Adanya C-Cl pada wavenumber 600-800 cm^{-1} menandakan terbentuknya garam akibat reaksi sodium silikat dengan HCl dengan reaksi $\text{Na}_2\text{SiO}_3 + 2\text{HCl}$ menghasilkan $\text{SiO}_{2(s)} + 2\text{NaCl} + \text{H}_2\text{O}_{(l)}$ yang berupa cairan dalam padatan (gel).

IV.4. Porositas dan Densitas

Sebagaimana sifat dasar aerogel yakni memiliki porositas yang tinggi dan densitas yang rendah, maka telah dilakukan analisa porositas dan densitas sebagaimana terdapat pada grafik dibawah ini:

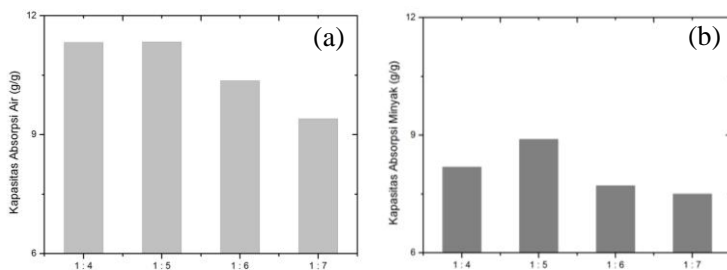


Gambar IV.7 Porositas dan densitas aerogel selulosa tanpa penambahan silika

Berdasarkan pada Gambar 4.7, untuk aerogel selulosa dengan variasi perbandingan NaOH:Urea 1:4,5,6,7; terlihat bahwa densitas sampel berada di rentang 0,091 – 0,102 g/cm³ dengan tren meningkat. Sedangkan porositas menurun dari 0,715 – 0,680 cm³/g seiring seiring bertambahnya komposisi SiO₂. Pada umumnya aerogel selulosa memiliki densitas pada rentang 0,03 – 0,04 g/cm³ dan memiliki porositas pada rentang 0,95 - 0,98 g/cm³ [23]. Hal ini disebabkan ukuran partikel bagasse yang digunakan adalah sebesar 100 mesh, sedangkan ukuran partikel bagasse masih bisa dijadikan sebesar 120 – 150 mesh. Besaran partikel ini dapat mempengaruhi besar pori dan densitas dari aerogel selulosa karena memungkinkan lebih banyak lignin yang tersekstrasi pada saat delignifikasi yang terbukti pada pulp hasil delignifikasi masih adanya kandungan dari lignin.

IV.5. Kapasitas Penyerapan Air dan Minyak

Pada subbab ini akan dibahas mengenai kapasitas absorpsi aerogel silika terhadap fluida air terlebih dahulu. Dilakukan absorpsi sesuai dengan ASTM D570-98 dengan air pada temperatur ambien selama 20 menit untuk kemudian dilakukan penarikan dengan kecepatan tarik 2 cm/menit. Pada proses absorpsi ini dilaksanakan untuk konsentrasi silika 0% SiO₂. Hal ini dilakukan untuk menentukan kapasitas absorpsi air dan minyak (oli) standar dengan tanpa ada penambahan silika sebagai penguat struktur.



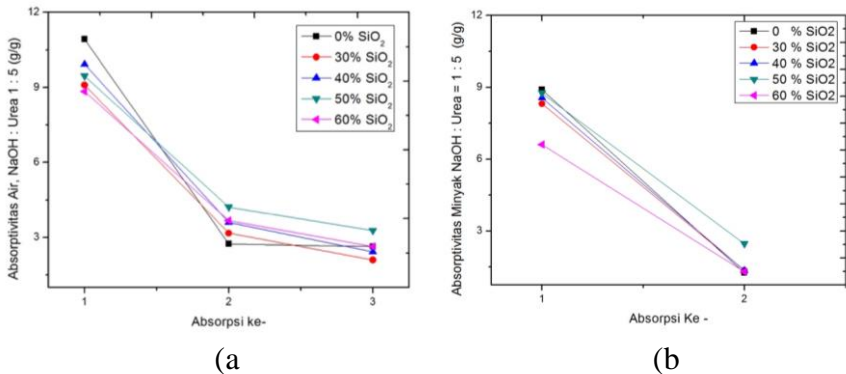
Gambar IV.8 Kapasitas Absorpsi air (a) dan minyak (b) Aerogel Selulosa dengan variasi urea

Pada Gambar 4.8 didapatkan bahwa kapasitas absorpsi terbaik didapatkan pada komposisi NaOH:Urea 1:5 dengan kapasitas absorpsi air (a) lebih besar dari minyak (b). Hal ini dikarenakan densitas minyak yang lebih kecil daripada air dan viskositas minyak lebih besar dari air sehingga memperlambat proses penyerapan. Selain itu, variasi NaOH : Urea = 1:5 memiliki penyerapan yang paling baik pada penyerapan air dan minyak karena *crosslink* yang terjadi pada 1:5 adalah yang paling maksimum dan pada variabel 1:6,7 penyerapannya menurun karena pada sampel ini ikatan kovalen dari penambahan urea sudah tidak lagi menambah volume aerogel selulosa, justru menambah kerapatan dari aerogel selulosa sehingga besar porinya akan menurun. Didapatkan absorptivitas air sampel 1:5 sebesar 11,3454 kali massa keringnya dan absorptivitas minyak sampel 1:5 sebesar 8,8962 kali massa keringnya.

Kapasitas serap aerogel selulosa berbasis bagasse ini lebih rendah dibandingkan aerogel selulosa berbasis kertas pada penelitian sebelumnya. Hal ini dikarenakan kertas mengandung selulosa murni tanpa adanya kandungan lignin, sedangkan bagasse yang digunakan dalam penelitian ini hanya dapat didelignifikasi hingga kandungan ligninnya 9,76% wt. Kandungan lignin yang masih terdapat dalam sampel mengurangi daya serap dari aerogel selulosa yang sudah berhasil disintesis.

Namun kapasitas serap ini tidak efektif untuk penyerapan kedua dan ketiga karena ikatan *crosslink* pada selulosa yang dilakukan oleh urea tidak optimum sehingga rantai aerogel selulosa tersebut akan langsung runtuh ketika diberikan tekanan tinggi dalam proses pemerasan. Oleh karenanya dilakukan sintesis aerogel selulosa pada komposisi NaOH : Urea 1:5 dengan divariasikan sodium silikat pada konsentrasi 30% SiO₂, 40% SiO₂, 50% SiO₂, dan 60% SiO₂.

Berikut merupakan grafik pengaruh konsentrasi silika terhadap kemampuan absorptivitas air dan minyak pada aerogel selulosa dengan komposisi NaOH: Urea 1:5 pada Gambar 4.9.



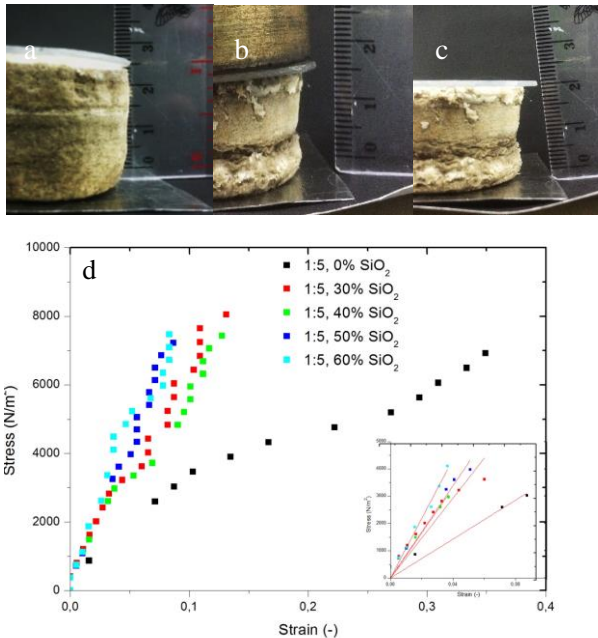
Gambar IV.9 Pengaruh penambahan SiO₂ terhadap kapasitas serap air (a) dan minyak (b)

Berdasarkan Gambar 4.9 (a) diatas, terlihat bahwa penurunan kapasitas absorpsi terendah terjadi pada konsentrasi SiO₂ 30%. Namun berdasarkan volume total air yang diserap, maka didapatkan bahwa konsentrasi SiO₂ 50% merupakan kondisi optimum volume penyerapan air yang dilihat dari kapasitas absorpsi kedua dan ketiganya yang paling tinggi. Hal ini juga berlaku pada penyerapan minyak yang ditunjukkan Gambar 4.8 (b) yang menunjukkan kapasitas penyerapan yang paling baik pada konsentrasi SiO₂ 50 %.

Untuk mengetahui jumlah penambahan silika yang optimum dalam melapisi serat-serat selulosa, dilakukan uji absorpsi air dan minyak sebanyak 3 kali dengan variasi konsentrasi (massa) silika 0%, 30%, 40%, 50%, dan 60%. Berdasarkan Gambar 4.8 (a) dan (b), didapatkan akumulasi kapasitas absorpsi air dan minyak terbaik pada variasi 50% massa silika.

Pada konsentrasi silika kurang dari 50%, kapasitas absorpsi pertamanya cenderung baik, tetapi kapasitas absorpsi kedua dan ketiganya masih kurang maksimal karena jumlah silika yang melapisi serat-serat selulosa belum cukup untuk memaksimalkan absorpsi kedua dan ketiga. Pada konsentrasi silika lebih dari 50% massa, lebih banyak partikel silika yang teraglomerasi sehingga cenderung menutup sebagian pori-pori aerogel selulosa yang menyebabkan total kapasitas absorpsi menurun kembali pada konsentrasi silika 60% massa.

IV.6. Modulus Elastisitas



Gambar IV.10 Uji Kompresi Untuk Mengukur Modulus Elastisitas Aerogel Selulosa dengan variabel silika 0%, 30%, 40%, 50%, dan 60% dengan a) tinggi mula-mula; b) tinggi dengan penambahan beban; c) tinggi akhir setelah beban dilepas; d) grafik elastisitas

Analisa selanjutnya yakni modulus elastisitas yang dilaksanakan pada aerogel selulosa dengan komposisi NaOH:Urea 1:5 dengan variasi konsentrasi Silika 30-60% SiO₂ pada Gambar IV.9.

Pada Gambar IV.10, ditampilkan data berupa hubungan antara *stress* terhadap *strain* pada setiap penambahan beban yang dilakukan pada sampel aerogel selulosa dengan variasi silika. Nilai *strain* yang semakin meningkat seiring dengan bertambahnya nilai *stress* yang diberikan. Dari beberapa titik yang linear awal yang ada pada kurva dapat ditarik suatu garis untuk mendapatkan nilai modulus young yang dimiliki oleh masing-masing aerogel dengan variabel silika yang telah ditetapkan seperti yang ditunjukkan pada Tabel IV.4.

Tabel IV.4 Besar Modulus Young (N/m²) terhadap Variabel Silika.

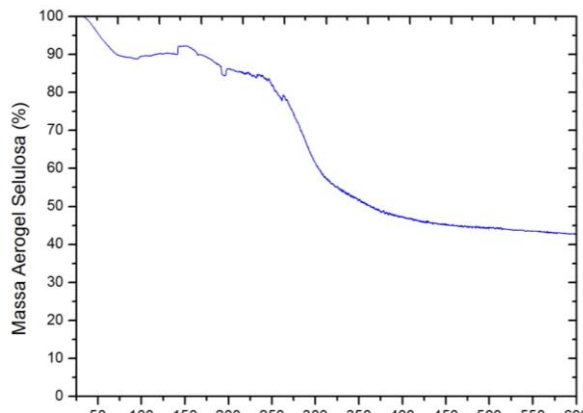
Variabel Silika (% massa)	Modulus Young (N/m ²)
0	35.700,204
30	73.330,230
40	82.646,190
50	84.655,310
60	109.218.330

Berdasarkan Tabel IV.4 didapatkan bahwa diferensiasi modulus elastisitas aerogel selulosa antara 30-50% SiO₂ cukup

dekatan, sedangkan 50-60% SiO_2 cukup jauh, hal ini menandakan lebih banyaknya silika yang teraglomerasi pada konsentrasi silika 60% sehingga menambah kekuatan aerogel selulosa secara signifikan [27] tetapi mengurangi kapasitas absorpsinya karena menutup sebagian pori-pori aerogel selulosa. Sehingga berdasarkan kombinasi grafik 4.7, 4.8, dan 4.9, diperoleh komposisi SiO_2 terbaik adalah pada konsentrasi 50% berat dengan modulus elastisitas sebesar $84.655,310 \text{ N/m}^2$, total absorptivitas air 20,0397 kali massa kering, dan total absorptivitas minyak 19,9294 kali massa kering.

IV.7. Uji Dekomposisi Superabsorben Aerogel Selulosa dengan *Thermal Gravimetric Analysis* (TGA)

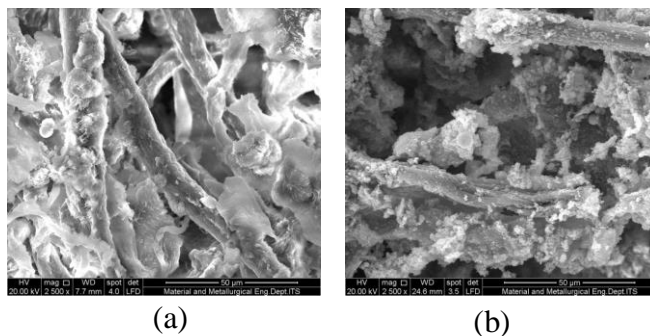
Pengujian *Thermal Gravimetric Analysis* bertujuan untuk memperoleh hubungan antara pengurangan massa aerogel terhadap perubahan temperatur. Pada uji yang dilakukan, aerogel selulosa hasil sintesa dipanaskan dari temperatur ruang hingga 1000°C dengan laju pemanasan sebesar $5^\circ\text{C}/\text{menit}$ menggunakan nitrogen.



Gambar IV.11 Grafik dekomposisi massa aerogel selulosa terhadap kenaikan temperatur.

Berdasarkan pengujian TGA, diperoleh kurva seperti pada Gambar 4.10. Dari kurva tersebut, terlihat bahwa pada temperatur 25°C hingga 250 °C terjadi penurunan berat aerogel selulosa yang mengindikasikan kandungan air yang ada mengalami penguapan. Kemudian pada temperatur 250 °C menjadi titik awal penurunan berat yang signifikan hingga 350 °C. Pada kisaran temperatur 250 °C hingga 350 °C, aerogel selulosa mengalami penyusutan massa. Setelah melewati temperatur 350 °C, penurunan massa masih terus berlangsung secara perlahan hingga menyisakan sebagian sampel pada suhu 600 °C. Sampel yang tersisa di akhir analisa sebanyak 42,681% dari massa awal, jumlah ini lebih besar dari jumlah sampel aerogel selulosa dari kertas bekas yang setelah pemanasan hingga 600 °C tersisa 17% dari massa awalnya [5]. Maka dari uji TGA ini dapat diketahui bahwa superabsorben aerogel selulosa hasil sintesis dengan penambahan silika memiliki ketahanan temperatur yang lebih tinggi, dan dapat digunakan pada kondisi dengan temperatur maksimum sebesar 250 °C.

IV.8 Uji Scanning Electron Microscope (SEM)



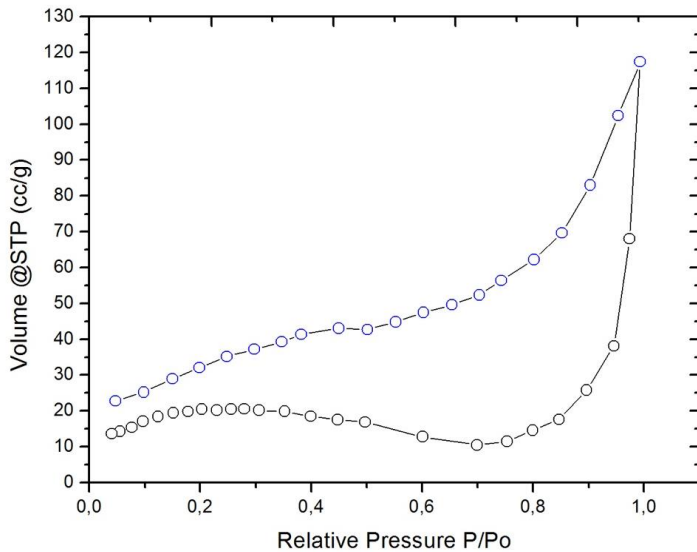
Gambar IV.12 Citra SEM dengan perbesaran 2500x pada
 (a) Aerogel selulosa tanpa penambahan silika,
 dan (b) Aerogel selulosa dengan penambahan silika 50% wt.

Uji Scanning Electron Microscope (SEM) ini dilakukan untuk mengetahui morfologi aerogel selulosa yang dihasilkan seperti pada Gambar IV.12. Melalui pengamatan pada perbesaran 2500x, dibandingkan morfologi aerogel selulosa yang tidak ditambahkan silika (a) dan yang ditambahkan silika (b). Terlihat perbedaan yang signifikan antara aerogel selulosa yang disintesa tanpa penambahan silika dan dengan penambahan silika. Aerogel selulosa yang diperoleh tersusun atas serat-serat yang membentuk suatu rangkaian yang terjalin satu sama lain. Serat tersebut terlihat memiliki struktur seperti silinder. Pada serat-serat tersebut juga terlihat adanya partikel-partikel kecil yang menempel. Partikel tersebut merupakan SiO_2 yang menempel sepanjang serat-serat selulosa.

Pada aerogel selulosa hasil sintesa terlihat adanya pori-pori yang banyak. Pori-pori tersebut berada diantara serat-serat penyusun aerogel selulosa. Dapat terlihat bahwa pori-pori tersebut memiliki ukuran yang relatif besar. Oleh karena itu, pori-pori yang dimiliki aerogel selulosa tergolong makropori. Kondisi ini memungkinkan nilai volume rongga yang dimiliki oleh aerogel selulosa juga relatif besar.

IV.9 Analisa Luas Permukaan Aerogel Selulosa (BET)

Uji Brunauer-Emmett-Teller (BET) ini dilakukan untuk mengetahui surface area aerogel selulosa yang dihasilkan seperti pada Gambar IV.13. Menggunakan *Nova 1200 e Surface Area and Pore Analyser* dan didapatkan luas areanya sebesar $59,12 \text{ m}^2/\text{g}$ dan besaran pori rata-rata sebesar $12,19 \text{ nm}$.



Gambar IV.13 Hasil Uji Brunauer-Emmett-Teller (BET) pada Aerogel Selulosa dengan perbandingan NaOH : Urea = 1:5 dan kandungan silika 50 %

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

BAB V

KESIMPULAN DAN SARAN

V.1. Kesimpulan

Berdasarkan hasil penelitian sementara dan pembahasan, dapat ditarik kesimpulan sementara sebagai berikut :

1. Absorptivitas air dan minyak terbaik dari aerogel selulosa pada konsentrasi 0% SiO₂ yaitu pada komposisi NaOH:Urea 1:5. Sebesar 11,3454 gram air/gram massa kering dan 8,8962 gram minyak (oli)/gram massa kering.
2. Besar modulus elastisitas aerogel selulosa berbanding lurus dengan konsentrasi silika yang ditambahkan. Konsentrasi terbaik yang dapat digunakan untuk dikombinasikan dengan aerogel selulosa yaitu pada komposisi NaOH:Urea 1:5 dengan 50% berat SiO₂ karena memiliki absorptivitas air dan minyak paling besar diantara variabel silika lainnya (total absorptivitas air 20,0397 kali massa kering, dan total absorptivitas minyak 19,9294 kali massa kering) dan memiliki nilai modulus young yang besar yaitu 84.655,310 N/m².

V.2 Saran

1. Melakukan pengembangan penelitian aerogel selulosa dari bagasse dengan ukuran partikel *raw bagasse* yang lebih halus dari 100 mesh untuk dipelajari perubahan densitas dan porositasnya.

(Halaman ini sengaja dikosongkan)

DAFTAR PUSTAKA

- [1] D. Bastani, A. A. Safekordi, A. Alihosseini, and V. Taghikhani, "Study of oil sorption by expanded perlite at 298 . 15 K," vol. 52, pp. 295–300, 2006.
- [2] R. S. Rengasamy, D. Das, and C. P. Karan, "Study of oil sorption behavior of filled and structured fiber assemblies made from polypropylene , kapok and milkweed fibers," *J. Hazard. Mater.*, vol. 186, no. 1, pp. 526–532, 2011.
- [3] H. Li, L. Liu, and F. Yang, "Oleophilic polyurethane foams for oil spill cleanup," *Procedia Environ. Sci.*, vol. 18, pp. 528–533, 2013.
- [4] P. D. Klemm and P. H. Schmauder, "Cellulose," Jena, 2001.
- [5] B. Anugerah dan S. Matahari, "Synthesis of Superabsorbent Cellulose Aerogel From Paper," Surabaya, 2015.
- [6] K. Taufik and Agmel, "Sintesis Superabsorben Aerogel Selulosa Berbasis Kertas Bekas," Surabaya, 2016.
- [7] N. Gamal, "Statistik Perkebunan Indonesia Komoditas Tebu 2014 - 2016," Jakarta, 2016.
- [8] S. Zafar, "Energy Potential of Bagasse," 2017. [Online]. Available: <http://bioenergyconsult.com/tag/composition-of-bagasse>. [Accessed: 17-Jan-2017].
- [9] D. Li, F. Z. Zhu, J. Y. Li, P. Na, and N. Wang, "Preparation and Characterization of Cellulose Fibers from Corn Straw as Natural Oil Sorbents," 2013.
- [10] S. Norsuraya, H. Fazlena, and R. Norhasyimi, "Sugarcane Bagasse as a Renewable Source of Silica to Synthesize Santa Barbara Amorphous-15 (SBA-15)," *Procedia Eng.*, vol. 148, pp. 839–846, 2016.

- [11] A. . Olalekan, H. Fazlena, and O. . Adesina, “Review : Silica Aerogel as a Viable Absorbent for Oil Spill Remediation,” *J. Encapsulation Adsorpt. Sci*, vol. 4, pp. 122–131, 2014.
- [12] L. Yang, Y. Yang, Z. Chen, C. Guo, and S. Li, “Influence of super absorbent polymer on soil water retention , seed germination and plant survivals for rocky slopes eco-engineering,” *Ecol. Eng.*, vol. 62, pp. 27–32, 2014.
- [13] M. Elliott, “Superabsorbent Polymers.” [Online]. Available: http://chimianet.zefat.ac.il/download/Super-absorbant_polymers.pdf. [Accessed: 20-Jan-2017].
- [14] P. Fardim and J. Gustafsson, “Cellulose Technology Polysaccharides,” 2010.
- [15] P. J, “Biodegradation and Biological Treatments of Cellulose, Hemicellulose, and Lignin,” *Int. Microb.*, vol. 5, pp. 53–63, 2002.
- [16] S. Tarmansyah, “Pemanfaatan Serat Rami Untuk Pembuatan Selulosa.” [Online]. Available: <http://buletinlitbang.dephan.go.id/index.asp?vnomor=18da nmnorutisi=3>. [Accessed: 16-Jan-2017].
- [17] Y. Paskawati, Susyana, E. . Antaresti, and Retnoningtyas, “Pemanfaatan Sabut Kelapa Sebagai Bahan Baku Pembuatan Kertas Komposit Alternatif,” *Widya Tek.*, vol. 9, pp. 12–21, 2010.
- [18] S. G. Karp, A. L. Woiciechowski, V. T. Soccol, and R. Soccol, “Pretreatment Strategies for Delignification of Sugarcane Bagasse : A Review,” vol. 56, no. August, pp. 679–689, 2013.
- [19] S. Affandi, H. Setyawan, S. Winardi, A. Purwanto, and R. Balgis, “A facile method for production of high-purity silica xerogels from bagasse ash,” *Adv. Powder Technol.*, vol. 20, no. 5, pp. 468–472, 2009.

- [20] M. Tanahashi, S. Takada, T. Aoki, T. Goto, T. Higuchi, and S. Hanai, "Characterization of Explosion Wood : Structure and Physical Properties," *Kyoto Univ.*, vol. 1, pp. 36–51, 1983.
- [21] U. Ashgar, M. Nadeem, M. Irfan, Q. Syed, and R. Nelofer, "Effect of NaOH on Delignification of *Saccharum Spontaneum*," *Enviro. Prog. Sustain Energy*, vol. 35, pp. 284–288, 2016.
- [22] F. Liebner, A. Potthast, T. Rosenau, E. Haimer, and M. Wendland, "Ultralight-Weight Cellulose Aerogels from NBnMO-Stabilized Lyocell Dopes," *Res. Lett. Mater. Sci.*, vol. 2007, pp. 1–4, 2007.
- [23] S. T. Nguyen, J. Feng, S. K. Ng, J. P. W. Wong, V. B. C. Tan, and H. M. Duong, "Advanced thermal insulation and absorption properties of recycled cellulose aerogels," *Colloids Surfaces A Physicochem. Eng. Asp.*, vol. 445, pp. 128–134, 2014.
- [24] M. O. Adebajo, R. L. Frost, J. T. Klopogge, O. Carmody, and S. Kokot, "Porous Materials for Oil Spill Cleanup : A Review of Synthesis," *J. Porous Mater.*, vol. 10, no. 10, pp. 159–170, 2003.
- [25] Y. W. Han, E. A. Catalano, and A. Ciegler, "Chemical and Physical Properties of Sugarcane Bagasse Irradiated with," pp. 34–38, 1983.
- [26] S. Katalin, "Influence of Chemical Conditions on The Nanoporous Structure of Silicate Aerogels," *Materials (Basel)*, vol. 3, pp. 704–740, 2010.
- [27] S. Huazheng, "Flexible Aerogels with Interpenetrating Network Structure of Bacterial Cellulose-Silica Composite from Sodium Silicate Precursor via Freeze Drying Process," *RSC Adv*, vol. 22, pp. 451–460, 2014.

BIOGRAFI PENULIS



Muhammad Irsan Agustian dilahirkan di Surabaya, Jawa Timur pada tanggal 9 Agustus 1994. Penulis menempuh pendidikan formal di SDN Dr. Sutomo V/327 Surabaya, SMP Negeri 2 Surabaya, kemudian melanjutkan studi ke SMA Negeri 1 Surabaya. Pada tahun 2013, penulis mulai menempuh pendidikan S1 di Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Penulis melakukan kerja prakteknya di ConocoPhillips

Indonesia Inc Ltd. Penulis melakukan riset tugas akhirnya dengan judul “Sintesis Superabsorben Aerogel Selulosa berbasis Bagasse” di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS di bawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng dan Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.

E-mail : irsanagustian12@gmail.com

BIOGRAFI PENULIS



Arika Fadhia Rahmi dilahirkan di Bogor, Jawa Barat pada tanggal 10 Mei 1996. Penulis menempuh pendidikan formal di SDN Bina Insani Bogor, SMP Bina Insani Bogor, kemudian melanjutkan studi ke SMA Negeri 1 Bogor. Pada tahun 2013, penulis mulai menempuh pendidikan S1 di Departemen Teknik Kimia Fakultas Teknologi Industri Institut Teknologi Sepuluh Nopember. Penulis melakukan kerja prakteknya di ConocoPhillips Indonesia Inc Ltd. Penulis melakukan riset tugas akhirnya dengan judul “Sintesis Superabsorben Aerogel Selulosa berbasis Bagasse” di Laboratorium Elektrokimia dan Korosi Jurusan Teknik Kimia FTI-ITS di bawah bimbingan Prof. Dr. Ir. Heru Setyawan, M.Eng dan Ni Made Intan Putri Suari, S.T., M.T.

E-mail : arikafadhia@outlook.com